



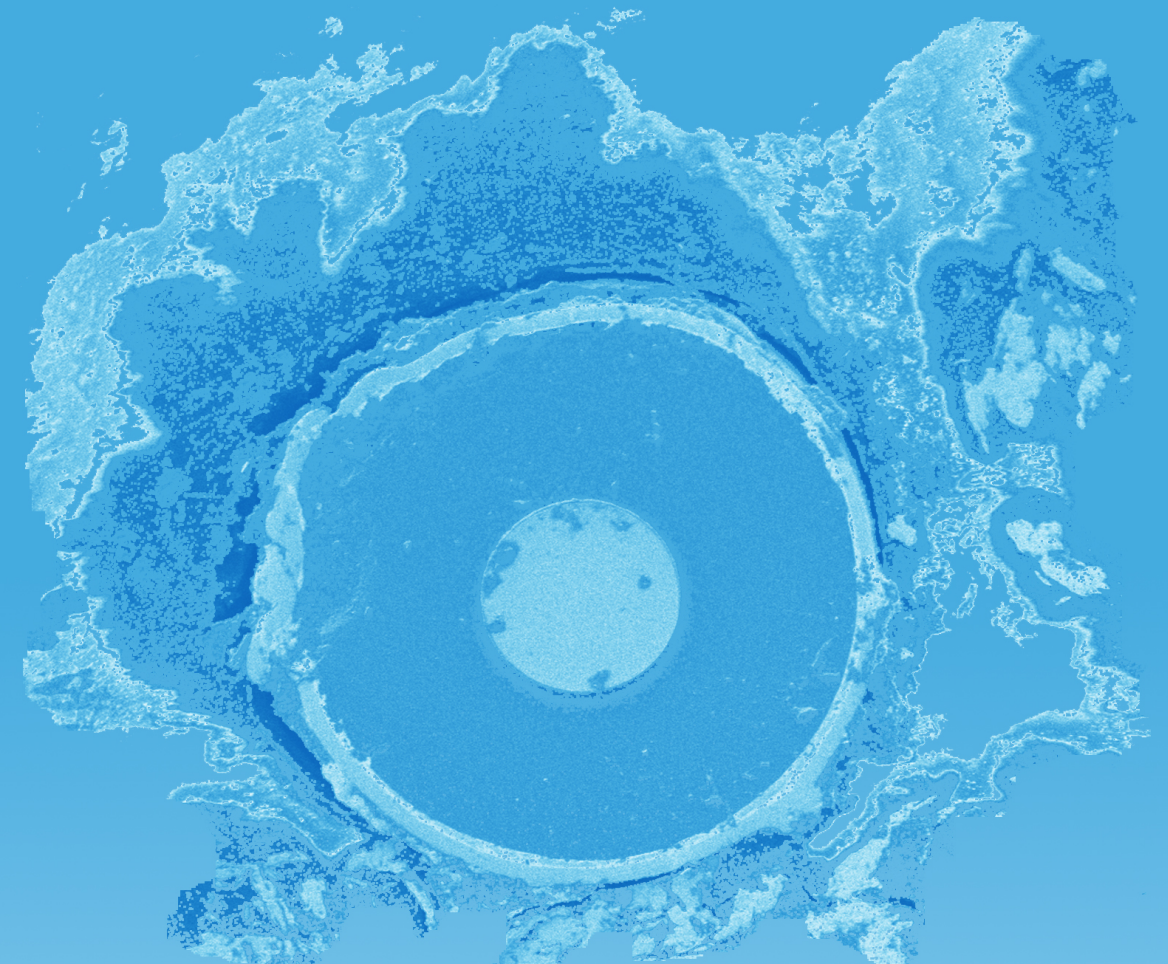
2010

Germán Infante Fernández

TESIS DOCTORAL

CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS
INSTITUTO DE CIENCIA DE MATERIALES DE MADRID

**PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y DE TRANSPORTE
DE NUEVOS MICROHILOS MONO Y BIFÁSICOS**



TESIS DOCTORAL

Germán Infante Fernández

Director: Manuel Vázquez Villalabeitia

Universidad Autónoma de Madrid
Departamento de Física de la Materia Condensada
Madrid, Diciembre 2010

Consejo Superior de Investigaciones Científicas

PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y DE TRANSPORTE DE NUEVOS MICROHILOS MONO Y BIFÁSICOS

TESIS DOCTORAL

Propuesta para optar al grado de
Doctor en Ciencias Físicas

Germán Infante Fernández

Director de tesis: Manuel Vázquez Villalabeitia
Tutor: Juan José Sáenz Gutierrez



A mis padres. A mis amigos.

AGRADECIMIENTOS

Alguien me dijo un día que la vida es un tren en el que se suben y se bajan muchas personas. Tenía razón. Por ello quiero agradecer sinceramente a todos aquellos que habéis permanecido conmigo a lo largo de las muchas estaciones por las que he pasado en la elaboración de esta memoria. Sin vuestra ayuda, probablemente no hubiera conseguido pasar de esta página.

En primer lugar, gracias a mi director de tesis, el Prof. Manuel Vázquez, por haberme dado la oportunidad de trabajar en este grupo. Su constante confianza, sus consejos, su inestimable ayuda, interés, apoyo y cercanía han sido claves para que esta memoria saliera adelante.

A Nacho Íñiguez también le debo muchas cosas. Una de ellas es el haberme introducido en este mundo, ya desde mis tiempos más mozos como alumno de la Universidad de Salamanca, mi casa. Gracias por toda la ayuda prestada, científica o no. Usando el argot ciclista que tanto te gusta: tu “coche escoba” siempre ha estado detrás.

Durante estos años en el ICMM-CSIC he tenido la suerte de conocer y colaborar con muchas personas. Mención especial merece Giovanni: su gran amistad y mejor guía han sido una pieza clave en todo este asunto. También ha sido un placer trabajar junto al resto de Dres. que han pasado o que continúan en el grupo: Agustina Asenjo, Manuel Hernández, Francisco Batallán, el recientemente incorporado Rafael Pérez (“el Físico más famoso de España”), Kleber Pirota, y Óscar de Abril. Con el resto de mis compañeros de laboratorio he pasado innumerables buenos momentos: siempre es un placer volver a encontrarme con los jóvenes Dres. Ruy, David, Wagner, Karin y Jacob para tomar unas cañas. Gracias también a Miriam, entre otras cosas, por su ayuda con todo el “papeleo”. Karla y Laura: habéis llenado de alegría el 149, seguir así. Un abrazo muy fuerte para Nacho (eres el siguiente...), para Óscar (heredero del AFM/MFM), para Mariana (*Porto rules!*) y para Pedro. Alfredo, gracias por tu ayuda en tantísimos aspectos y por el buen ambiente propio de esa isla del Caribe que trasmites. La “hora de la comida” ha sido siempre agradable y divertida en compañía de otra gente del Instituto, como Tere, Álvaro e Iñigo. Gracias también a vosotros.

No quiero olvidarme tampoco de los que han realizado visitas más o menos largas a nuestro grupo. Son tantos que enumerarlos a todos sería arriesgarme a dejar alguien fuera. Pero si me permito mandarle un abrazo a Diana, que seguro es ya Dra. en Portugal, y al Dr. Mattia Butta, con el que he colaborado intensamente.

Este trabajo tampoco habría sido posible sin las estancias que he realizado fuera de España. Creo que en ellas he aprendido muchas cosas que me han enriquecido personal y profesionalmente. Entre ellas quiero destacar la primera de ellas, llevada a cabo en la

Universidad Pavol Jozef Šafárik en Košice (Eslovaquia) con el Dr. Rastislav Varga, porque sus consejos científicos, su amistad y su ayuda han sido realmente excepcionales. Mi agradecimiento también al Dr. Ludek Kraus por su guía y exquisito trato durante los experimentos realizados en el Instituto de Física de la Academia de Ciencias de la República Checa en Praga y al Prof. Carl Patton de la Universidad Estatal de Colorado en Fort Collins (USA) por su interés y consejo durante los fríos meses (incluso en °F) que pasé en su laboratorio. Gracias por último al Dr. Víctor Raposo de la Universidad de Salamanca por el trabajo que hemos realizado juntos.

Sin duda estoy rodeado de grandes amig@s que han puesto un montón de granos de arena en la montañita que es esta tesis y en mi vida en general. Antes pensaba que cabíais en una mano, pero me habéis demostrado con creces que me faltan dedos para contarlos. Mil gracias a los que estáis ahí desde hace tanto tiempo que ya no me acuerdo: Ricard, Alvarito, Indy, Rá, Dr. (gran portada, artista), Cete (mi compañero de piso “Madrileta” estos años), Blocho, Ferdy, Javi, Rorro, Cebo,... Gracias también a todos los más recientes, pero igual de importantes, por haber abierto mis miras. Es difícil hacer una lista con todos vosotros pero más difícil es expresar lo afortunado que soy por teneros cerca. ¡Besos y abrazos para tod@s!

Gracias finalmente a mis padres por lo que soy, por todo lo que habéis hecho por mi estos 29 años y por lo que haréis en el futuro.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS	v
1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. Materiales magnéticos. Vidrios metálicos	3
1.2. Microhilos magnéticos mono y bifásicos. Estado del arte	6
1.2.1. Una fase magnética. Microhilos amorfos recubiertos de vidrio	6
1.2.1.a. Comportamiento magnético y propiedades relevantes	6
1.2.1.b. Interés tecnológico	13
1.2.2. Microhilos con dos fases magnéticas	14
1.2.2.a. Comportamiento magnético y propiedades relevantes	15
1.2.2.b. Interés tecnológico	17
1.3. Objetivos y planteamiento del trabajo	17
1.4. Referencias	19
2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES Y DESARROLLO INSTRUMENTAL	21
2.1. Introducción	23
2.2. Fabricación de microhilos mono y bifásicos	23
2.2.1. Solidificación rápida y estiramiento	23
2.2.2. Electrodeposición del recubrimiento magnético	25
2.3. Microscopía electrónica de barrido con microanálisis de rayos X	28
2.4. Caracterización magnética	29
2.4.1. Ciclos de histéresis	29
2.4.1.a. Magnetómetro de inducción digital de elevada sensibilidad	29
2.4.1.b. Magnetómetro de muestra vibrante	36
2.4.2. Magnetoresistencia	37
2.4.3. Propagación de paredes de dominio	38
2.4.4. Magnetoimpedancia	40
2.4.5. Resonancia ferromagnética	41
2.4.5.a. Medida en línea de transmisión coaxial	42
2.4.5.b. Medida en guía de onda cortocircuitada	44
2.5. Conclusiones	45
2.6. Referencias	47
3. EL PROCESO DE IMANACIÓN ESTÁTICO	49
3.1. Introducción	51
3.2. Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos	53
3.2.1. Microhilos ricos en Fe. Hilos submicrométricos	53
3.2.2. Microhilos blando/duro Fe/CoNi	57
3.2.3. Microhilos blando/blando Fe/FeNi	64
3.3. Microhilos CoFe/FeNi	72
3.4. Conclusiones	74
3.5. Referencias	75

4. DINÁMICA DE UNA PARED DE DOMINIO	77
4.1. Introducción	79
4.2. Modelos para el movimiento de la pared	81
4.3. Amortiguamiento por relajación estructural	83
4.3.1. Influencia de la frecuencia de medida	83
4.3.2. Influencia de tratamientos térmicos	89
4.4. Propagación en presencia de campo transversal	93
4.5. Conclusiones	96
4.6. Referencias	99
5. RESONANCIA FERROMAGNÉTICA Y MAGNETOIMPEDANCIA	101
5.1. Introducción	103
5.2. FMR en microhilos monofásicos con diámetro cercano a la micra	105
5.2.1. Teoría de FMR en un cilindro conductor ferromagnético	107
5.2.2. Modos de absorción y longitud de penetración	112
5.2.3. Condición de resonancia: del micro al nanohilo	119
5.3. FMR en microhilos bifásicos	122
5.3.1. Origen de las absorciones múltiples. Microhilos CoFe/FeNi	124
5.4. MI en microhilos bifásicos	128
5.4.1. Efecto polarizador en microhilos Fe/FeNi	129
5.5. Conclusiones	132
5.6. Referencias	133
6. FLUXGATES ORTOGONALES BASADOS EN MICROHILOS	135
6.1. Introducción	137
6.1.1. <i>Fluxgates</i> , <i>fluxgates</i> ortogonales y <i>coil-less fluxgates</i>	138
6.2. Optimización de las características de los sensores. Microhilos Cu/FeNi	143
6.2.1. Reducción de la corriente de saturación	144
6.2.2. Microhilos con anisotropía helicoidal incorporada	148
6.3. Conclusiones	156
6.4. Referencias	157
CONCLUSIONES. NUEVAS LÍNEAS DE TRABAJO	159
APÉNDICE: CÁLCULOS DE FMR	163
PUBLICACIONES	165

“Nuestras virtudes y nuestros defectos son inseparables, como la fuerza y la materia. Cuando se separan, el hombre no existe.”

Nikola Tesla.

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Materiales magnéticos. Vidrios metálicos

1.2. Microhilos magnéticos mono y bifásicos. Estado del arte

1.2.1. Una fase magnética. Microhilos amorfos recubiertos de vidrio

1.2.1.a. Comportamiento magnético y propiedades relevantes

1.2.1.b. Interés tecnológico

1.2.2. Microhilos con dos fases magnéticas

1.2.2.a. Comportamiento magnético y propiedades relevantes

1.2.2.b. Interés tecnológico

1.3. Objetivos y planteamiento del trabajo

1.4. Referencias

1.1 Materiales magnéticos. Vidrios metálicos

Desde el descubrimiento de la propiedad de la magnetita (Fe_3O_4) para atraer el hierro y alinearse con el campo magnético terrestre, el magnetismo ha estado indisolublemente ligado a la tecnología. Sus aplicaciones se inician hace unos 1000 años cuando marinos chinos utilizaron este mineral para desarrollar brújulas de navegación. Hasta el siglo XIX las propiedades eléctricas y magnéticas de los materiales fueron consideradas como dos fenómenos físicos independientes. En 1820 Oersted demostró que las corrientes eléctricas podían perturbar una aguja magnética, Ampere y Faraday explicaron posteriormente el fenómeno y finalmente James Clerk Maxwell elaboraría la teoría unificada del electromagnetismo.

Desde entonces, los materiales magnéticos han sido utilizados en multitud de aplicaciones (transformadores, generadores y motores eléctricos, sensores, dispositivos electrónicos y de almacenamiento de información, biomagnetismo,...). Alrededor del año 1900 se inicia su uso como medio de grabación, una de las aplicaciones más exitosas de estos materiales. Poulsen fue el primero en grabar audio sobre un hilo ferromagnético. En 1927 la cinta magnética, una tira de papel cubierta de un polvo o de un líquido ferromagnético seco, fue inventada simultáneamente en Alemania y Estados Unidos. Más tarde, en la década de 1940, se desarrollaron cintas basadas en óxidos y se lograría también grabar señales de video sobre este tipo de sistemas. Con la invención de las computadoras digitales en esa misma década surgió la necesidad de almacenar datos sobre medios fiables, rápidos y fáciles de manipular. Las cintas magnéticas, los disquetes más tarde y finalmente los discos duros demostraron ser dispositivos no volátiles de almacenamiento extremadamente fiables. La capacidad y densidad de almacenamiento, el tiempo de acceso y la velocidad de transferencia de datos han sido constantemente perfeccionados por la industria gracias a la investigación en materiales magnéticos. En los últimos años el nanomagnetismo ha sido la disciplina motor de este imponente desarrollo tecnológico. Cabe destacar a tal respecto el descubrimiento del fenómeno de magnetorresistencia gigante por A. Fert [1] y P. Grünberg [2], laureados con el Premio Nobel de Física en el año 2007, las válvulas de espín [3] o las uniones túnel magnéticas [4]. En la actualidad la comunidad científica se enfrenta con un nuevo reto: elaborar nuevas estrategias que retrasen el límite superparamagnético para de esta forma poder continuar aumentando la densidad de información en estos sistemas.

Junto con la grabación magnética, el desarrollo de sensores y actuadores constituye probablemente la aplicación más relevante de los materiales magnéticos. En este campo tecnológico se enmarcan los sistemas estudiados en esta tesis: **microhilos con una o dos fases magnéticas**. Este tipo de hilos están basados en precursores con estructura amorfa, también conocidos como vidrios metálicos, de los cuales se presenta a continuación una visión general.

▪ Vidrios metálicos

Los vidrios metálicos [5]-[9] han constituido desde su descubrimiento en 1960 por parte de Duwez [9] un objeto apasionante de investigación y continúan siendo importantes tanto por la variedad de fenómenos que presentan como por su aplicación real en la industria. Estos materiales pueden obtenerse en multitud de formas (materiales *bulk* con sección transversal de varios mm, cintas e hilos micrométricos, láminas delgadas y nanopartículas) haciendo uso de técnicas de fabricación basadas en una “congelación” ultrarrápida de sus átomos constituyentes (solidificación rápida, electrodeposición, ablación láser, *sputtering*, aleado metálico y métodos químicos) que originan una estructura metaestable. De entre todas ellas, las diversas técnicas de solidificación rápida existentes [5],[8] son sin duda las más ampliamente utilizadas. Este será el procedimiento base de obtención de los microhilos basados en aleaciones de metales 3d estudiados en esta memoria (ver apartado 2.2.1).

Los mecanismos de síntesis artificial de los vidrios metálicos originan una ausencia de distribución periódica espacial de largo alcance. No obstante, las posiciones atómicas en un sólido amorfo no son totalmente aleatorias como en un gas [5],[7], ya que la distribución local de los átomos está gobernada por fuerzas químicas que aseguran la existencia un orden de corto alcance. El espectro de difracción de rayos X de un amorfo es por tanto muy parecido al de un líquido: no presenta picos agudos dados por la ley de Bragg y sí unos máximos muy suaves correspondientes al orden de corto alcance.

Las principales propiedades que distinguen a los compuestos amorfos de las fases cristalinas con idéntica composición son las que miden la respuesta a una fuerza (un campo eléctrico, magnético o un esfuerzo mecánico) [7],[10]. De esta forma, los vidrios metálicos son conductores de la electricidad (su conductividad es entre 50 y 100 veces inferior a la de la misma composición cristalina) y su resistividad depende más del desorden estructural y de las impurezas que de la temperatura. Además, presentan de manera general un elevado límite de ruptura mecánica y un amplio intervalo elástico [11], por lo que se pueden comportar como los aceros más fuertes bajo la acción de una tensión. Finalmente, algunas aleaciones (especialmente aquellas con contenido en Cr y P) son extremadamente resistentes a la corrosión [12]. Este conjunto de propiedades convierten a estos materiales en atractivos para aplicaciones tan dispares como pueden ser el refuerzo de cementos [13], la fabricación de recubrimientos protectores y de equipamiento deportivo, etc. [14].

El estudio del magnetismo en amorfos es difícil debido al desorden intrínseco, pero rico en comportamientos interesantes con importantes implicaciones tecnológicas tal y como se verá en posteriores apartados. Los compuestos que son ferromagnéticos en fase cristalina mantienen el orden magnético en su estado amorfo. Su propiedad fundamental es la ausencia de anisotropía magnetocristalina o estructural y por lo tanto son generalmente materiales muy

1.1 Materiales magnéticos. Vidrios metálicos

blandos [5]-[8]: presentan bajo campo coercitivo y elevada susceptibilidad. Las tensiones internas en las aleaciones amorfas originan una anisotropía magnética a través del acoplamiento magnetoelástico, que es proporcional a la constante de magnetostricción de saturación λ_s : cuando actúa una tensión mecánica σ sobre una sustancia magnetostrictiva con $\lambda_s > 0$ la imanación espontánea tiende a girar hacia la dirección de la tensión. Este fenómeno se describe mediante un término de energía libre:

$$E_\sigma = \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \psi \quad (1.1)$$

donde ψ es el ángulo formado por la tensión y la imanación espontánea. Con el criterio que $\sigma > 0$ significa tracción y $\sigma < 0$ compresión, la expresión (1.1) es válida para $\lambda_s > 0$ y $\lambda_s < 0$.

La magnetostricción es, junto con la anisotropía de forma, el factor determinante en el magnetismo técnico de los amorfos ferromagnéticos: la susceptibilidad de las aleaciones altamente magnetostrictivas (ricas en Fe, $\lambda_s \approx 10^{-5}$) es muy sensible a las tensiones externas; mientras que los vidrios metálicos no magnetostrictivos (basados en Co con un 5-6 % de Fe, $\lambda_s \approx -10^{-7}$) son excelentes materiales blandos.

Otro punto importante que afecta a las propiedades magnéticas de los vidrios metálicos son los cambios estructurales (reversibles o irreversibles) originados por la elevada movilidad atómica de estos materiales [5],[7],[15]: los tratamientos térmicos a bajas temperaturas (inferiores a la temperatura de cristalización) permiten inducir anisotropías, relajar tensiones y, por lo tanto, provocan cambios drásticos en el comportamiento magnético. El ejemplo paradigmático es la nanocristalización controlada de aleaciones como FeNbSiBCuSiB (FINEMET) [8], que permite obtener un material más blando constituido por nanocristales inmersos en una matriz amorfa residual. Estos nanocristales son, además, un campo de la nanociencia simple de producir y que permiten estudiar el efecto de monodominios en matrices (magnéticas) [16].

Las múltiples posibilidades de control de las propiedades magnéticas de los vidrios metálicos han permitido su uso en un gran abanico de aplicaciones. Además de los materiales producidos a pequeña escala en los laboratorios de investigación, grandes compañías como Hitachi Metals, Metglass, Vacuumschmelze, Toshiba Materials, Goodfellow y Unitika proporcionan este tipo de aleaciones en diferentes geometrías. Por volumen de producción (decenas de millones de unidades al año) destaca su uso en núcleos de componentes inductivos miniaturizados a alta frecuencia como por ejemplo amplificadores, transformadores y filtros (ver páginas web de los fabricantes anteriores para consultar las especificaciones detalladas). También se comercializan ingentes cantidades de etiquetas magnéticas basadas en efectos magnetoelásticos o en la inversión de la imanación mediante saltos Barkhausen [17]. Finalmente decir que en la actualidad se producen imanes permanentes de FeNdB empleando técnicas de solidificación rápida durante las etapas de procesado del material [18].

1.2 Microhilos magnéticos mono y bifásicos. Estado del arte

Los materiales objeto de este trabajo son hilos con dimensiones transversales micrométricas y elevada relación de aspecto que presentan una estructura multicapa y un comportamiento magnético mono o bifásico. Como ya se ha comentado, estos sistemas se encuadran dentro del marco de los materiales magnéticos blandos; un campo en el que existe actualmente un cierto punto muerto en la obtención de propiedades y fenómenos magnéticos novedosos. Es por ello que los estudios realizados en esta memoria se han encaminado tanto al diseño y fabricación autónoma de nuevos sistemas con propiedades magnéticas específicas como al estudio de las interacciones magnetoelásticas y magnetoestáticas entre las distintas fases que los componen. La presencia de estas dos fuentes de acoplamiento magnético hace posible un elevado potencial tecnológico que será analizado de manera continua a lo largo de los capítulos de resultados.

En este apartado se va a efectuar una revisión del principal trabajo realizado hasta la fecha en este tipo de muestras, exponiendo sus principales propiedades magnéticas y las aplicaciones derivadas de las mismas. El objetivo es proporcionar al lector una idea general que le permita evaluar la novedad y originalidad los resultados presentados en esta memoria.

1.2.1 Una fase magnética. Microhilos amorfos recubiertos de vidrio

1.2.1.a Comportamiento magnético y propiedades relevantes

Los microhilos con una fase magnética están constituidos por un núcleo ferromagnético cilíndrico (con un diámetro mínimo típico de unas pocas micras), rodeado de una capa aislante de vidrio Pyrex. Sus orígenes datan de 1924 en Estados Unidos, cuando G. E. Taylor consiguió obtener por primera vez este tipo de fibras [19]. En 1960 Ulitovsky patentó una técnica mejorada [20] que es la base de la que se emplea actualmente para la producción de estos hilos micrométricos. En los años 70 fueron publicados los primeros trabajos acerca de sus propiedades magnéticas por investigadores de la Europa del Este (L. Kraus y J. Schneider [21]). A partir de estos estudios preliminares de la escuela rusa, la investigación se extendió a muchos otros grupos que continúan en la actualidad trabajando con estos sistemas. Algunos de ellos son los dirigidos por: M. Vázquez, A. Hernando, B. Hernando, C. Gómez-Polo, J. González, I. Íñiguez en España, H. Chiriac en Rumania, R. Varga en Eslovaquia, N. A. Usov en Rusia, R. Valenzuela en México, M. Knobel en Brasil y A. Yelon en Canadá.

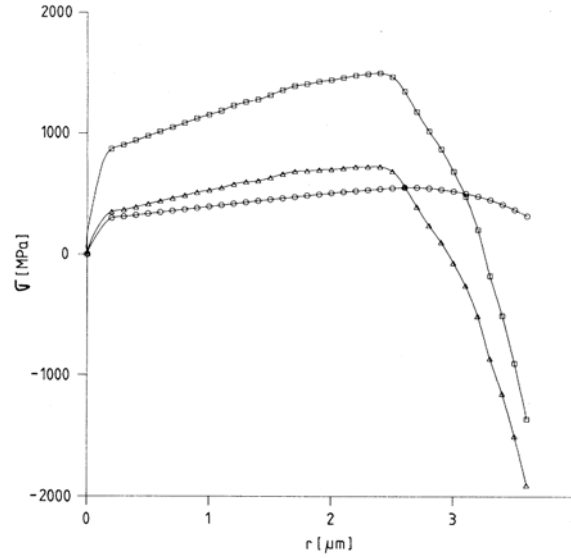


Figura 1.1 Distribución de tensiones calculada en el núcleo metálico de un microhilo recubierto de vidrio con composición $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ en función del valor de la coordenada radial r (radio metálico $a=3.65 \mu\text{m}$, espesor de vidrio $t_g=7.5 \mu\text{m}$): (\circ) tensiones radiales σ_{rr} , (Δ) tensiones circulares $\sigma_{\theta\theta}$ y (\square) tensiones axiales σ_{zz} . (Fuente: [25]).

▪ Comportamiento magnético:

Las propiedades magnéticas de los microhilos monofásicos [22],[23] están principalmente determinadas, además de por la anisotropía de forma, por una compleja distribución de tensiones de origen diverso inducidas durante el proceso de fabricación (descrito en el apartado 2.2.1): i) tensiones debidas a la solidificación de la aleación, ii) tensiones producidas por la diferencia entre los coeficientes de dilatación térmica del metal y del vidrio e iii) tensiones de extensión inducidas durante el estiramiento de la fibra. El cálculo de estos esfuerzos, bien sea considerando únicamente las tensiones del tipo ii) [24] o las tres fuentes anteriores [23],[25], conduce a una distribución de tensiones típica como la mostrada en la Figura 1.1: las tensiones axiales positivas ($\sigma_{zz}>0$) dominan desde $r=0$ hasta un 80% del radio a del hilo, a partir del cual prevalecen las tensiones radiales positivas ($\sigma_{rr}>0$).

La existencia de estas dos regiones (que dependen fuertemente de la proporción entre el radio a del núcleo metálico y el espesor t_g del recubrimiento de vidrio [23]) junto con el signo de la magnetostricción λ_s rigen el comportamiento magnético de los microhilos recubiertos de vidrio a través de la ecuación (1.1):

Aleaciones ricas en Fe con $\lambda_s>0$: Los microhilos ricos en Fe con magnetostricción positiva del orden de 10^{-5} (la composición típica es $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$) presentan un ciclo de histéresis axial con forma rectangular (ver Figura 1.2(a)). El eje de imanación fácil es axial y la inversión de la imanación ocurre a través de un único salto Barkhausen gigante cuando el campo aplicado alcanza el valor de inversión o de *switching*. Este comportamiento magnético biestable es consecuencia de la anisotropía magnetoelástica que en este caso determina una estructura de dominios compuesta por un núcleo cuasi-monodominio con imanación axial y una

corteza multidominio con imanación radial, tal y como se muestra en las Figuras 1.2(b),(c). La inversión de la imanación en estos hilos ocurre mediante el desenganche y propagación de uno de los dominios de cierre presentes en los extremos del hilo [26],[27]. Este proceso puede observarse con claridad en la Figura 1.2(c) que muestra una secuencia de imágenes obtenidas mediante efecto Kerr de la inversión de la imanación en un hilo de FeSiB de 125 μm de diámetro sin recubrimiento de vidrio (estos hilos tienen una estructura de dominios análoga a la de los microhilos recubiertos de vidrio [22]). Las estructuras de cierre de los extremos del hilo colapsan para una cierta longitud crítica (del orden de 2 mm), momento en el cual desaparece la biestabilidad magnética [29].

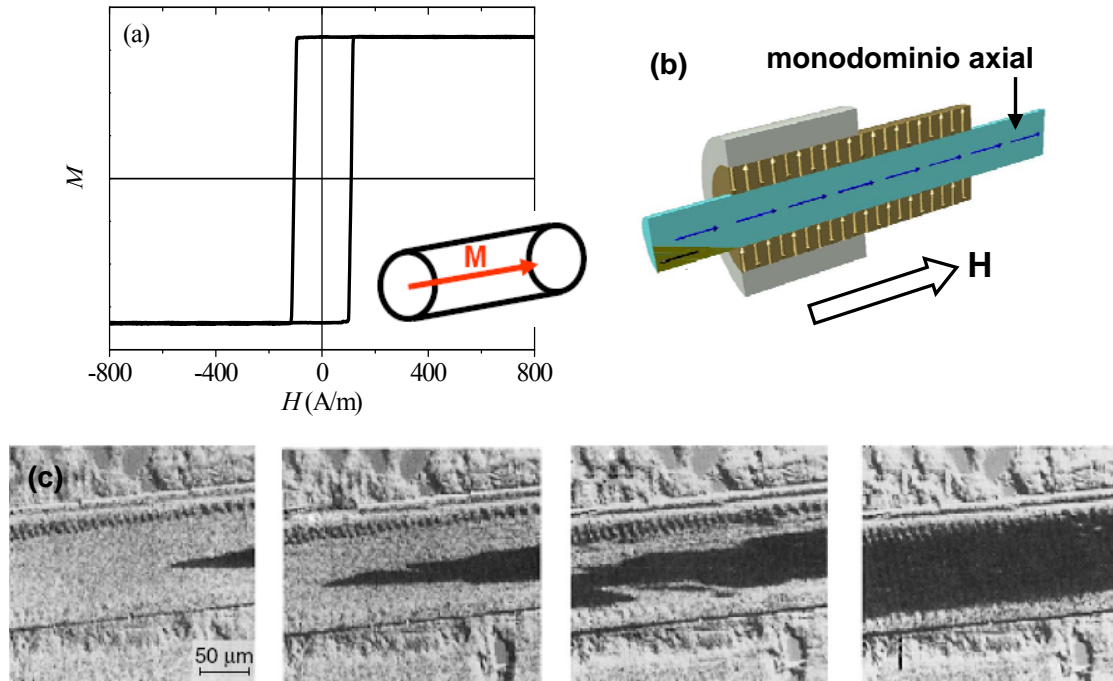


Figura 1.2 (a) Ciclo de histéresis típico de un microhilo rico en Fe recubierto de vidrio. (b) Esquema de su estructura de dominios (Fuente: [27]). (c) Secuencia de imágenes Kerr de la inversión de la imanación axial en un hilo pulido de $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ y 125 μm de diámetro (sin recubrimiento de vidrio). El campo magnético aumenta de derecha a izquierda. Se aprecian claramente las dos regiones características de su estructura de dominios (núcleo y corteza); así como el desplazamiento de la pared de dominio en el núcleo (con forma cónica en este caso). (Fuente: [28]).

Aleaciones basas en CoFe con $\lambda_s \approx 0$: El ciclo de histéresis axial de los microhilos con magnetostricción negativa prácticamente nula $|\lambda_s| \leq 10^{-7}$ (basados en Co con un 5-6 % de Fe, una composición típica es $(\text{Co}_{0.94}\text{Fe}_{0.06})_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$) tiene una forma anhisterética, un elevado valor de permeabilidad inicial y un comportamiento ultrablando tal y como se puede observar en la Figura 1.3(a). El eje fácil es circular y el proceso de imanación está determinado principalmente por la rotación de la imanación de los dominios circulares “tipo bambú” de la parte externa del núcleo (ver Figura 1.3(b)), aunque en torno al eje del hilo debe mantenerse siempre una pequeña región con imanación axial para reducir la energía de canje.

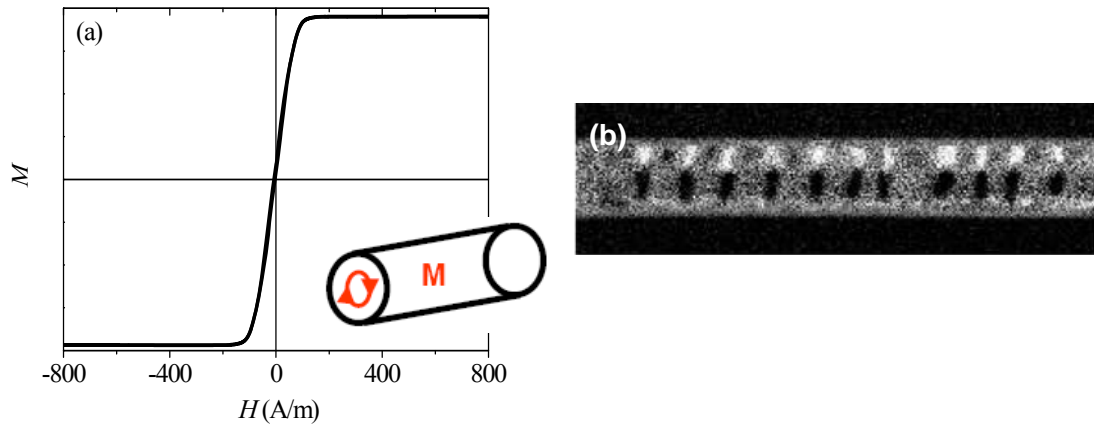


Figura 1.3 (a) Ciclo de histéresis típico de un microhilo no magnetostrictivo basado en CoFe recubierto de vidrio. (b) Imagen Kerr de la estructura de dominios circulares “tipo bambú” en un microhilo recubierto de vidrio de $\text{Co}_{67}\text{Fe}_{3.85}\text{Ni}_{1.45}\text{Mo}_{1.7}\text{Si}_{14.5}\text{B}_{11.5}$ (radio metálico $a=11.2\text{ }\mu\text{m}$, espesor de vidrio $t_g=3\text{ }\mu\text{m}$) en presencia de un campo magnético circular de 36 A/m . El tamaño de la imagen es de $170\times 50\text{ }\mu\text{m}^2$. (Fuente: [30]).

Finalmente, comentar que existe un tercer tipo de muestras (no consideradas en esta memoria): los microhilos ricos en Co con magnetostricción negativa del orden de -10^{-6} (una composición típica es $\text{Co}_{72.5}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$). Su ciclo de histéresis axial es similar al de la Figura 1.3(a), pero más tumbado. Los hilos basados en CoFe del punto anterior son un caso particular más interesante de esta familia [23].

▪ Propiedades relevantes:

Las principales propiedades magnéticas de los microhilos monofásicos se refieren a la biestabilidad característica de las aleaciones ricas en Fe y a la respuesta en frecuencia de las diferentes familias (magnetoimpedancia y resonancia ferromagnética). De igual forma, buena parte de las aplicaciones se encuentran relacionadas con estos tres fenómenos que se van a introducir a continuación.

Biestabilidad magnética:

Se acaba de ver que la biestabilidad magnética propia de los microhilos ricos en Fe (Figura 1.2) es consecuencia de una estructura de dominios en la que un gran monodominio axial invierte su imanación por el desencanche de una de las estructuras de cierre presente en uno de sus extremos. Esta característica hace posible estudiar en un sistema micrométrico la propagación de una única pared de dominio frontera (de 180° y con forma plana [26]) de manera análoga a los estimulantes trabajos realizados últimamente en nanohilos litografiados de Permalloy [31],[32]. Las dimensiones transversales de estas muestras hacen posible utilizar un sencillo dispositivo inductivo de tipo Sixtus-Tonks [33] para detectar el paso de la pared. Los procesos de inversión de la imanación mediante una pared de dominio en hilos biestables han

sido analizados por numerosos autores: bajo determinadas condiciones experimentales se observa para esta pared de 180° una relación lineal entre velocidad y campo que es ampliamente estudiada ya que ofrece un análisis directo de los mecanismos de amortiguamiento [26]. Sin embargo, en otras circunstancias aparecen dinámicas más complejas (no lineales) y de origen diverso como puede ser un cambio en la estructura interna de la pared [34]. Se piensa que este mecanismo es el responsable de las velocidades tan elevadas reportadas recientemente estos sistemas para campos magnéticos suficientemente intensos [35], aunque no hay evidencia directa de este cambio de estructura y, además, se ha observado que puede existir propagación de múltiples paredes de dominio [36].

Magnetoimpedancia:

La magnetoimpedancia (MI) consiste en el cambio de impedancia eléctrica $Z=R+iX$ que experimenta un material ferromagnético cuando se le aplica un campo magnético como consecuencia de variaciones de la sección efectiva del conductor originadas por el efecto pelicular o *skin* [37] (ver esquema de la Figura 1.4(a)). En el caso de los microhilos amorfos basados en CoFe, la impedancia experimenta cambios muy bruscos (superiores al 500%) en un intervalo de campo magnético estático reducido y se habla de magnetoimpedancia gigante (GMI) [38]. El efecto pelicular se describe en términos de la longitud de penetración δ del campo electromagnético:

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \mu f}} \quad (1.2)$$

donde ρ es la resistividad del material, μ es su permeabilidad y f es la frecuencia del campo magnético AC aplicado. De acuerdo a la ecuación (1.2), cuanto mayor sea la conductividad, la permeabilidad o la frecuencia del campo magnético AC, más tiende a concentrarse este último entorno a la superficie del material.

En el caso de un hilo, el campo magnético AC es generalmente un campo circular inducido por una corriente aplicada a lo largo de su eje. La magnetoimpedancia tiene para esta geometría cilíndrica la siguiente expresión [39]:

$$Z(H, f) \equiv R + iX = R_{dc} \frac{ka J_0(ka)}{2 J_1(ka)} \quad (1.3)$$

donde R_{dc} es la resistencia del hilo, $k=(1-i)/\delta$ es la constante de propagación radial y a es el radio (metálico) del hilo.

En un experimento de MI, la frecuencia f del campo magnético AC se mantiene constante, por lo que el cambio de la impedancia (1.3) va a estar determinado por el comportamiento de la permeabilidad μ , que está controlada a través de un campo magnético estático axial H . La respuesta va a ser por tanto diferente para los microhilos ricos en Fe con

1.2 Microhilos magnéticos mono y bifásicos. Estado del arte

anisotropía axial (Figura 1.2) y para las muestras basadas en CoFe (Figura 1.3) tal y como se representa esquemáticamente en la Figura 1.4: los primeros presentan un comportamiento de MI con un único máximo en el origen (Figura 1.4(a)) ya que para $H=0$ la muestra está prácticamente saturada y un aumento de H solo consigue fijar aún más la imanación. Por el contrario, en el caso de los microhilos de CoFe la impedancia crece hasta que el campo H compensa la anisotropía y aparece un comportamiento de “doble pico” (Figura 1.4(b)). Desde un punto de vista práctico, estas últimas muestras son las más interesantes debido a que presentan variaciones de impedancia y sensibilidad mayores [38].

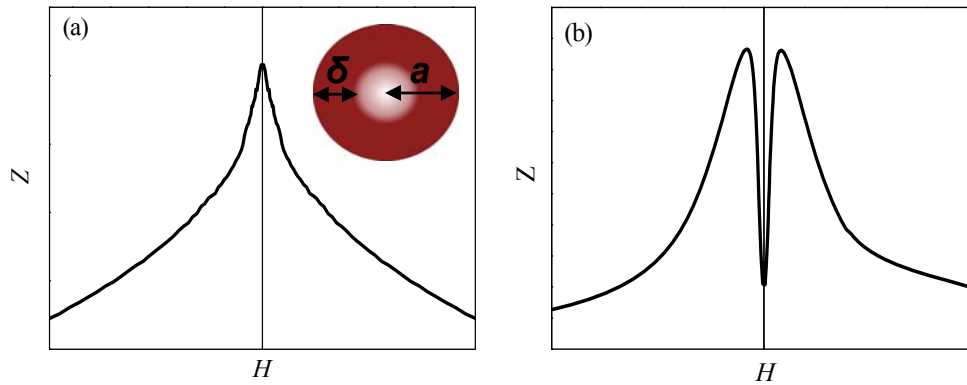


Figura 1.4 Comportamiento típico de magnetoimpedancia (MI) en un microhilo (a) magnetostrictivo rico en Fe y (b) no magnetostrictivo de CoFe. El *inset* muestra un esquema del efecto *skin* en el hilo.

Resonancia Ferromagnética:

El concepto de resonancia ferromagnética (FMR) se presenta esquemáticamente en la Figura 1.5(a). Supóngase que la imanación \mathbf{M} del material forma un determinado ángulo con un campo magnético estático \mathbf{H}_{DC} suficientemente intenso como para saturarlo. Como resultado de esta falta de alineamiento, la imanación efectuará un movimiento de precesión alrededor del campo H dado por la ecuación:

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\gamma \mathbf{M} \times \mathbf{H} \quad (1.4)$$

donde $\mathbf{H} \equiv \mathbf{H}_{DC}$ y γ es la razón giromagnética ($\gamma = 2.8$ GHz/kOe en unidades Gaussianas).

En el caso más sencillo de una esfera isótropa, la frecuencia angular ω_0 de precesión libre viene dada por la fórmula de Larmor:

$$\omega_0 = \gamma H \quad (1.5)$$

que para un material típico y un campo estático de unos pocos kOe es del orden de 10 GHz: la banda X de microondas.

En general, anisotropía y forma influyen sobre la frecuencia ω_0 . Además, debe existir un campo magnético externo de microondas $\mathbf{h}(t) = \mathbf{h}_0 e^{i\omega t}$ perpendicular al campo magnético estático que mantenga el movimiento (ver Figura 1.5(a)). Por lo tanto, el campo \mathbf{H} de la

ecuación (1.4) es en realidad un campo magnético efectivo \mathbf{H}_{eff} que incluye el campo estático, el de microondas, el desmagnetizante \mathbf{H}_{des} , el de anisotropía \mathbf{H}_{an} y el de canje \mathbf{H}_{ex} :

$$\mathbf{H} \equiv \mathbf{H}_{eff} + \mathbf{h}(t) + \mathbf{H}_{des} + \mathbf{H}_{an} + \mathbf{H}_{ex} \quad (1.6)$$

en resonancia la frecuencia del campo de microondas es igual a la frecuencia de precesión:

$$\omega = \omega_0(H_{DC}, H_{des}, H_{an}, H_{ex}) \quad (1.7)$$

y la absorción de energía por parte del sistema es máxima. Este es el concepto de resonancia ferromagnética, observado por primera vez por Griffiths en 1946 en una lámina delgada metálica [40]. La ecuación (1.7) se conoce como condición de resonancia.

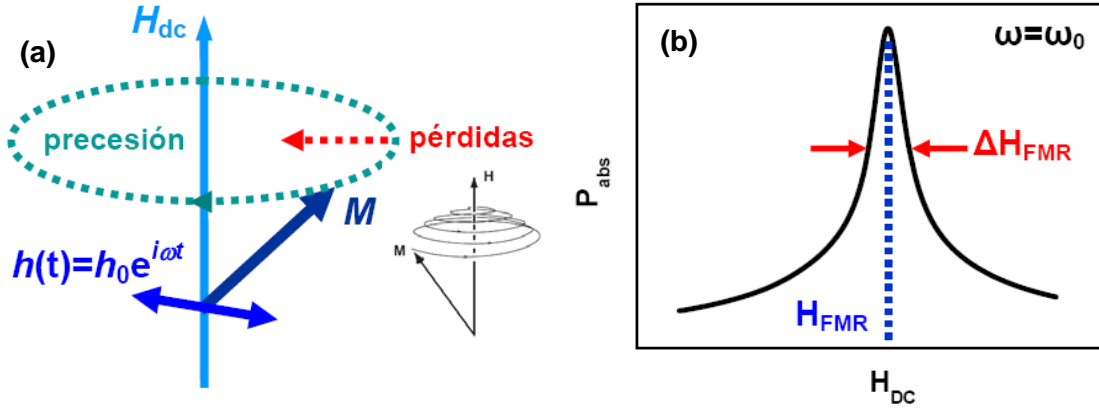


Figura 1.5 Resonancia ferromagnética (FMR): (a) Concepto y (b) Experimento típico.

En un experimento típico de FMR (Figura 1.5(b)) la muestra se somete a un campo magnético estático y a un campo magnético de microondas “de bombeo” a frecuencia fija que mantiene la oscilación. La potencia de microondas absorbida por la muestra P_{abs} se mide en función de la amplitud del campo estático H_{DC} y presenta un máximo en resonancia ($H_{DC} = H_{FMR}$). Estas curvas tienen una anchura finita que no puede ser explicada por la ecuación (1.4), ya que no tiene en cuenta efectos disipativos. Para considerar las pérdidas, se debe incluir un término de amortiguamiento fenomenológico que puede tomar diversas expresiones (Landau-Lifshitz, Gilbert, Bloch-Bloembergen, Wangness):

$$\frac{d\mathbf{M}}{dt} = -\gamma \mathbf{M} \times \mathbf{H} + \text{pérdidas} \quad (1.8)$$

La teoría de FMR en microhilos está bien establecida desde hace tiempo [41],[42] y se ha demostrado que su descripción es análoga a la de la Magnetoimpedancia [41]. Pese a ello, y tal y como se discutirá en el apartado 5.1, la interpretación de los espectros de absorción en estas muestras está todavía lejos de ser unánime en la literatura. Por otro lado, en la actualidad existe un renovado interés en el estudio de la FMR en microhilos por la posibilidad de emplear matrices de estas muestras como medios absorbentes sintonizables mediante campo magnético y/o tensión mecánica [43] o en materiales zurdos [44].

1.2.1.b Interés tecnológico

Buena parte de la investigación de las propiedades magnéticas de los microhilos monofásicos ha estado y está promovida por su potencial aplicación tecnológica. Hasta la fecha, la única aplicación industrial a gran escala ha sido desarrollada en los últimos años por la compañía Japonesa Aichi Steel en el campo de los sensores magnéticos [45]. Esta empresa fabrica dispositivos integrados (ver Figura 1.6(a)) basados en tecnología CMOS que hacen uso del efecto de MI en microhilos no magnetostrictivos de CoFe [46]. Estos chips se emplean comercialmente como sensores de campo magnético con resolución del orden de 1 pT y en sensores de movimiento de teléfonos móviles de la firma Sharp.

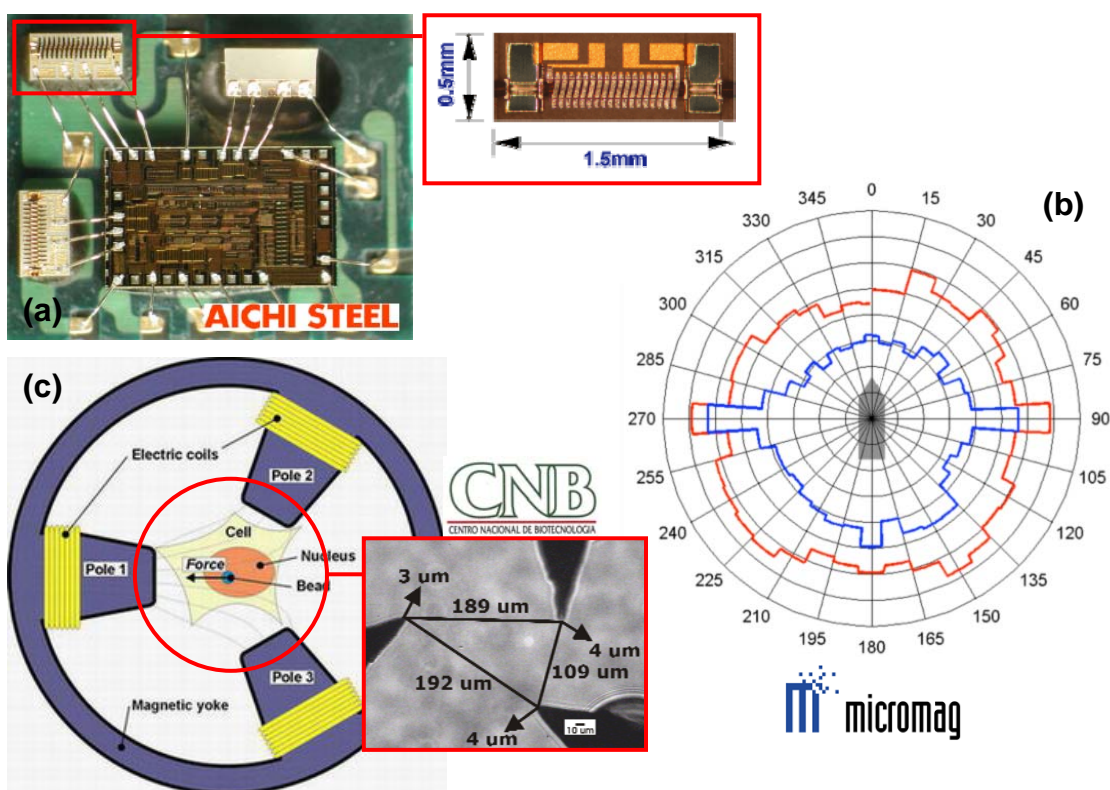


Figura 1.6 Ejemplos recientes de aplicaciones de los microhilos amorfos recubiertos de vidrio. (a) sensor de campo magnético comercial de la compañía Aichi Steel. El elemento sensor ($0.5 \times 1.5 \text{ mm}^2$) está compuesto por una microbobina y un microhilo no magnetostrictivo de CoFe (Fuente: [45]). (b) Sección de radar a 9 GHz de una patrullera de la clase Anaga antes (rojo) y después (azul) de ser pintada con una pintura absorbente basada en microhilos (Fuente: [47]). (c) Manipulador magnético intracelular compuesto por 3 microhilos pulidos que actúan como polos de un micro-electroimán. El dispositivo permite el movimiento controlado de una nanopartícula magnética en un triángulo del orden de $100 \mu\text{m}$ de lado (Fuente [49]).

Otra aplicación reciente también relacionada con el comportamiento en frecuencia de los microhilos monofásicos es la absorción de potencia de microondas. La *spin-off* Micromag del Instituto de Magnetismo Aplicado ha desarrollado una pintura basada en microhilos con la que lograron disminuir hasta en 15 dB la absorción de radar a 9 GHz en muchas secciones de

una patrullera de 44 m de eslora de la clase Anaga (ver Figura 1.6(b)), durante una prueba realizada en Julio del 2009 en la ría de Vigo [47]. Investigadores del mismo grupo han patentado otros medios de absorción basados en microhilos [48] y se están realizando esfuerzos para conseguir absorción de microondas en un ancho de banda razonable.

Los microhilos son también elementos útiles como generadores de campo magnético. El laboratorio de nanomanipulación óptica del CNB/CSIC dirigido por el Dr. J. Ricardo Arias-González está utilizando microhilos pulidos mediante un proceso electroquímico para la realización de un manipulador magnético intracelular (ver Figura 1.6(c)): estos investigadores han logrado controlar el movimiento de una nanopartícula magnética en una pequeña región del espacio variando la polaridad de una disposición de 3 microhilos que forman un micro-electroimán.

Estos son tan solo tres ejemplos recientes de aplicaciones reales de los microhilos magnéticos. A lo largo de los años se han propuesto y patentado muchas otras. Algunas de ellas hacen uso de la biestabilidad magnética propia de los microhilos ricos en Fe y tienen su principio de funcionamiento en el estrecho pico de voltaje inducido en una bobina detectora situada alrededor del elemento amorfo, pudiendo destacar etiquetas de codificación magnética [50], conmutadores y sensores de posición y de velocidad [51]. Entre las aplicaciones basadas en la magnetoelasticidad de estas mismas muestras se pueden mencionar sensores de torsión y de identificación de firmas [51]. De igual forma, los microhilos con magnetostricción casi nula han sido utilizados en una amplia gama de dispositivos: puntas magnéticas en microscopios de efecto túnel polarizados en espín (SP-STM) [52] y sensores para aplicaciones biomédicas basados en el efecto GMI [51].

1.2.2 Microhilos con dos fases magnéticas

En los últimos años, los materiales magnéticos multicapa han atraído mucho interés ya que el control de sus propiedades morfológicas permite un amplio rango de comportamientos histeréticos. Dentro de los efectos que se pueden lograr en estos materiales, el desplazamiento de los ciclos de histéresis es particularmente interesante debido a sus potenciales aplicaciones. Existen al menos dos tipos de sistemas en los que los ciclos de histéresis se desplazan horizontalmente: multicapas ferromagnético/antiferromagnético, en los que el desplazamiento es originado por interacción de canje [54], y sistemas blando/duro en los que este es producido por una interacción dipolar entre las diferentes fases magnéticas [55]. Los microhilos bifásicos tratados en este apartado pertenecen al segundo caso y resultan ideales para el estudio de esas interacciones magnetoestáticas.

1.2.2.a Comportamiento magnético y propiedades relevantes

El grupo de nanomagnetismo y procesos de imanación del ICM-CONIC ha sido pionero en la fabricación y exhaustivo estudio de las propiedades magnéticas de sistemas multicapa bifásicos basados en materiales amorfos precursores. El punto de partida fueron los microhilos multicapa con comportamiento monofásico introducidos por K. R. Pirota en 2004 [56]: un microhilo recubierto de vidrio sobre el que se deposita una capa metálica no magnética combinando técnicas de *sputtering* y de electrodeposición. Las interacciones magnetoelásticas inducidas durante el proceso de crecimiento modificaban drásticamente el comportamiento del núcleo como se puede observar en la Figura 1.7.

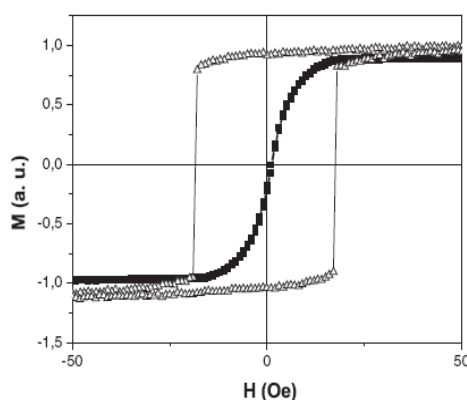


Figura 1.7 Ciclo de histéresis axial de un microhilo de $(\text{CoFeNi})_{75}\text{Si}_{10}\text{B}_{15}$ (radio metálico $a=4\text{ }\mu\text{m}$, espesor de vidrio $t_g=11\text{ }\mu\text{m}$) antes (■) y después (Δ) de crecer a su alrededor una capa de Ti de 100 nm de espesor mediante *sputtering*. (Fuente: [56]).

Los microhilos multicapa con comportamiento magnético bifásico fueron posteriormente estudiados por J. Torrejón, que centró fundamentalmente su trabajo de tesis doctoral en sistemas compuestos por un núcleo amorfo blando no magnetostrictivo de CoFe rodeado de un recubrimiento magnético mucho más duro (CoNi) [57]. En estos sistemas, el acoplamiento magnetostático (además del magnetoelástico) debido a la presencia de la fase dura gobierna el comportamiento magnético de la fase blanda (ver Figura 1.8): sus ciclos de histéresis se desplazan por la acción de un campo *bias* de origen dipolar [58] que, además, convierte el proceso de imanación en asimétrico [55] (ver Figura 1.8(c)). Este hecho permite la obtención de nuevos materiales con propiedades sintonizables y amplía considerablemente el abanico de estudio de los microhilos monofásicos introducidos en el apartado anterior. La geometría cilíndrica de estos sistemas con una fase externa en forma de tubo hace que tengan un grado más de libertad que un hilo (el espesor de la pared del tubo). Además, este tipo de hilos también se fabrican [59] y estudian en la nanoescala [55],[60]. El análisis del acoplamiento dipolar ha sido extendido por nuestro grupo a otras geometrías como las cintas tricapa [57].

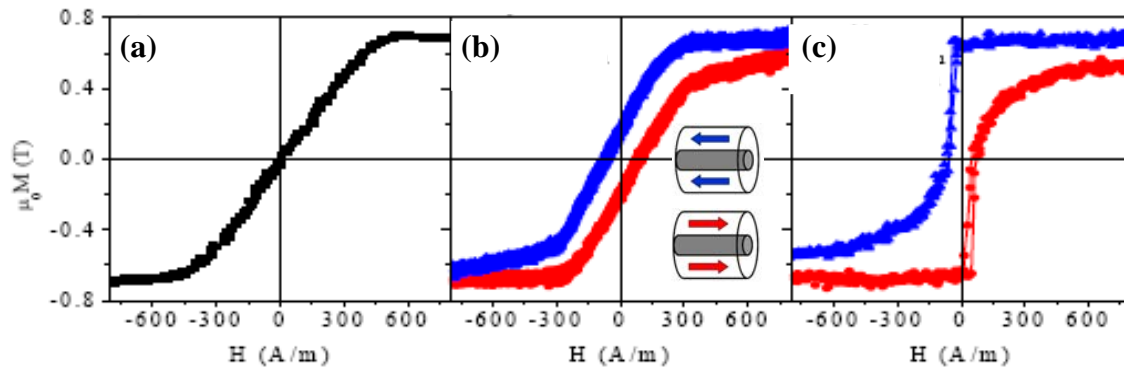


Figura 1.8 Ciclos de histéresis axiales a bajo campo de un microhilo bifásico de FeCo/CoNi para varios espesores t del recubrimiento de CoNi en función del estado magnético de este último. (rojo: preimanado positivamente ($H_p = +80$ kA/m), azul: preimanado negativamente ($H_p = -80$ kA/m), ver esquemas en (b)). (a) $t = 0$ μm , (b) $t = 6$ μm , (c) $t = 11$ μm (d). ($a = 8.5$ μm , $t_g = 12$ μm). (Fuente: [57]).

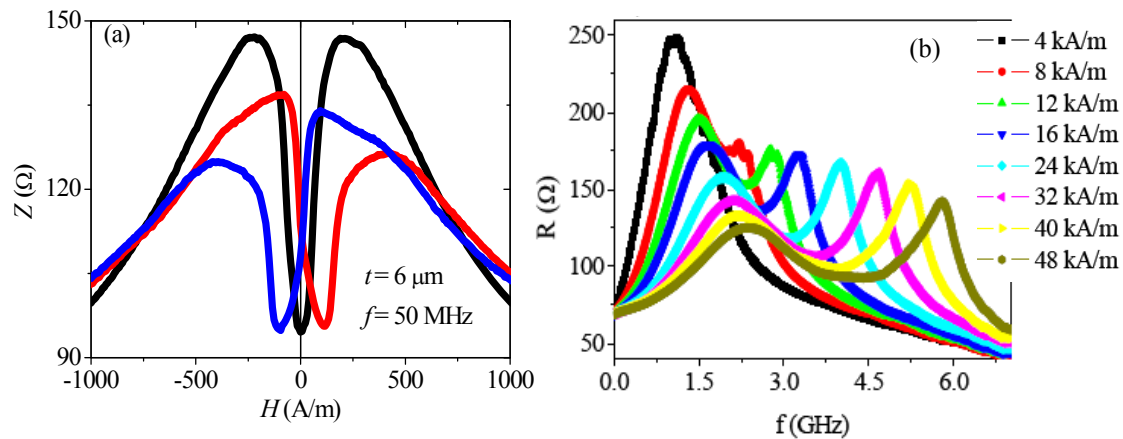


Figura 1.9 (a) Respuesta de MI a 50 MHz del núcleo de CoFe en un microhilo bifásico de CoFe/CoNi como el de la Figura 1.8(b) en función de la configuración magnética del recubrimiento duro de CoFe. (rojo: preimanado positivamente ($H_p = +80$ kA/m), azul: preimanado negativamente ($H_p = -80$ kA/m), negro: desimanado) (Fuente [61]). (b) Evolución del espectro de resistencia en función del campo magnético aplicado para un microhilo bifásico blando/duro de CoFe/CoNi como los de la Figura 1.8, pero con $t = 3$ μm . (Fuente: [62]).

La respuesta en frecuencia (comportamiento de MI y de FMR) del núcleo blando de estos hilos bifásicos blando/duro también resulta interesante: en la Figura 1.9(a) se puede observar que su MI tiene en efecto un comportamiento asimétrico (AMI) [61], acorde con el proceso de imanación estático mostrado en la Figura 1.8. Por otro lado, los primeros estudios de FMR en estas muestras [62] (Figura 1.9(b)) revelan un espectro con dos absorciones resonantes que se desplazan con el campo magnético estático aplicado y cuyo origen no está claro en la actualidad.

1.2.2.b Interés tecnológico

La geometría y las particulares propiedades magnéticas de los microhilos bifásicos, gobernadas por los acoplamientos magnetostático y magnetoelástico, les confieren un elevado potencial en aplicaciones tecnológicas. Recientemente se ha patentado un sensor multifuncional (de temperatura, tensión mecánica, campo magnético y posición) basado en los microhilos bifásicos blando/duro del apartado anterior [63]: el elemento sensor es el núcleo amorfo de CoFe, mientras que el recubrimiento duro de CoNi controla y optimiza su respuesta. Por otro lado, el comportamiento asimétrico de MI en estos hilos es sin duda útil ya que permite obtener un comportamiento lineal entorno a $H=0$ (ver Figura 1.9(a)) sin necesidad de recurrir a agentes externos como pueden ser una corriente eléctrica [64] o un circuito polarizador [65]. La presencia de varias absorciones resonantes en los hilos bifásicos es también atractiva desde un punto de vista de ingeniería de microondas: estos sistemas son un micro-cable coaxial en el que la atenuación es sintonizable mediante campo magnético.

1.3 Objetivos y planteamiento del trabajo

El objetivo general de este trabajo es el diseño, fabricación y estudio de nuevos microhilos magnéticos mono y bifásicos con propiedades magnéticas específicas que permitan profundizar en buena parte de las líneas enumeradas en apartados previos. Para ello, la tesis se ha organizado de la siguiente manera:

En el **Capítulo 2** (Técnicas experimentales y desarrollo instrumental) se presentan las diferentes técnicas de fabricación y equipos de caracterización empleados a lo largo de la memoria. La primera parte describe la preparación de las muestras, realizada de manera autónoma en los laboratorios del ICM-SCIC. La segunda parte describe las técnicas utilizadas para el análisis de sus propiedades magnéticas. Se trata de algo más que una mera enumeración de equipos, ya que se ha realizado numeroso desarrollo instrumental que resulta novedoso en la aplicación a las muestras consideradas.

El **Capítulo 3** (El proceso de imanación estático) se dedica a la caracterización morfológica y magnética estática de las diferentes familias de microhilos mono y bifásicos analizadas, que son fundamentalmente aquellas con comportamiento biestable. Los aspectos más interesantes se refieren a los microhilos monofásicos con radio metálico inferior a la micra, ya que estas muestras submicrométricas abren el camino a la producción de un nanohilo mediante una técnica tan sencilla como la solidificación rápida. Y, por otro lado, al análisis de la interacción dipolar en un sistema blando/blando, que permite un control efectivo de la biestabilidad magnética en los hilos bifásicos.

La propagación de una pared de dominio en hilos monofásicos ricos en Fe se aborda en el **Capítulo 4** (Dinámica de una pared de dominio), dónde se presentan estudios encaminados a confirmar el importante papel que tiene la relajación de la estructura amorfa en el movimiento amortiguado de esta frontera. Se analiza también el efecto simultáneo de un campo magnético axial y otro transversal para tratar de aclarar el origen de las dinámicas no lineales que aparecen en determinadas condiciones experimentales.

El **Capítulo 5** (Resonancia ferromagnética y magnetoimpedancia) se dedica, en primer lugar, a discutir la correcta interpretación de los espectros de resonancia ferromagnética en un hilo conductor ferromagnético. En esta línea, serán especialmente importantes los resultados experimentales en un microhilo con radio inferior a la micra, ya que muestran la evolución de la condición de resonancia al aproximarse el radio del hilo a la nanoescala. En segundo lugar, se analiza en detalle el espectro con múltiples absorciones de los microhilos bifásicos. Los resultados en un sistema blando/blando pondrán de manifiesto que es necesario considerar el carácter capacitivo intrínseco de estas estructuras a la hora de analizar sus múltiples absorciones resonantes. Finalmente, se muestra como el acoplamiento dipolar entre un núcleo y un recubrimiento blandos controla la respuesta de MI de una manera completamente diferente a la característica de un sistema blando/duro.

En el **Capítulo 6** (Fluxgates ortogonales basados en microhilos) se investiga el uso de microhilos multicapas compuestos por un núcleo de Cu recubierto de vidrio y una capa externa blanda de Permalloy como núcleos de sensores de campo magnético de tipo *coil-less fluxgate*: una reciente evolución de los *fluxgates* ortogonales basada en microhilos que, si bien no es especialmente sensible, si resulta extremadamente sencillo y fácil de integrar.

Los principales resultados de la investigación se recogen en el apartado **Conclusiones. Nuevas líneas de trabajo.**

1.4 Referencias

- [1] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen, Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas, *Phys. Rev. Lett.* **61** (1988) 2472 – 2475
- [2] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, W. Zinn, *Phys. Rev. B* **39** (1989) 4828 – 4830
- [3] J. J. Miles, M. R. Parker, *IEEE Trans. Magn.* **32** (1996) 4597-4602
- [4] M. Julliere, *Phys. Lett. A* **54** (1975) 225–226
- [5] A. Hernando, *Nuevos materiales: Los vidrios metálicos*, EUDOMA (1987)
- [6] F. E. Luborsky, *Amorphous metallic alloys*, Butterworths (1983)
- [7] A. L. Greer, *Metallic Glasses en Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier (2001)
- [8] M. E. McHenry, M. A. Willard, D. E. Laughlin, *Prog. Mat. Sci.* **44** (1999) 291-433
- [9] W. Klement, R. H. Willens, Pol Duwez, *Nature* **187** (1960) 869–870
- [10] H. Warlimont, *Mater. Sci. Eng. A* **304-306** (2001) 61-67
- [11] A. Inoue, *Mater. Sci. Eng. A* **304-306** (2001) 1–10
- [12] M. Naka, K. Hashimoto, T. Masumoto, *J. Non-Cryst. Solids* **29** (1978) 61-65
- [13] Cementos fibraflex: http://www.fibraflex.com/default_gb.htm
- [14] Liquidmetal: <http://www.liquidmetal.com/>
- [15] H. Kronmüller, M. Fähnle, *Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids*, Cambridge University Press (2003) 274
- [16] J. S. Garitaonandia, P. Gorria, L. F. Barquin, J. M. Barandiaran, *Phys. Rev. B* **61** (2000) 6150-6155
- [17] Sensormatic: http://www.sensormatic.com/Products/EAS/Labels/Labels_home.aspx
- [18] Z. Chen, D. Miller, J. Herchenroeder, *J. Appl. Phys.* **107** (2010) 09A730
- [19] G. F. Taylor, *Phys. Rev.* **23** (1924) 655-660
- [20] A. V. Ulitovsky, I. M. Maiani, A. I. Avramenco, *Method of continuous casting of glass coated microwire*, USSR Patent nº 128427 (1960)
- [21] L. Kraus, J. Schneider, H. Wiesner, *Czech. J. Phys. B* **26** (1976) 601-602
- [22] M. Vázquez, A. Hernando, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **29** (1996) 939-949
- [23] H. Chiriac, T. A. Ovari, *Prog. Mat. Sci.* **40** (1997) 333-407
- [24] S. A. Baranov, V. N. Berzhanskii, S. K. Zotov, V. S. Larin, A. V. Torkunov; *Phys. Met. Metallogr.* **67** (1989) 73
- [25] H. Chiriac, T. A. Ovari, *Phys. Rev. B* **52** (1995) 10104-10103
- [26] R. Varga, K. L. García, M. Vázquez, P. Vojtanik, *Phys. Rev. Lett.* **94** (2005) 017201
- [27] J. Olivera, R. Varga, V. M. Prida, M. L. Sánchez, B. Hernando, A. Zhukov, *Phys. Rev. B* **82** (2010) 094414
- [28] T. Reininger, H. Kronmüller, C. Gómez-Polo, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **70** (1993) 5357-5359
- [29] M. Vázquez, C. Gómez-Polo, H. Theuss, H. Kronmüller, *J. Magn. Magn. Mater.* **164** (1996) 319-326
- [30] A. Chizhik, A. Zhukov, A. Stupakiewicz, J. M. Blanco, J. González, *IEEE Trans. Magn.* **45** (2009) 4279-4281
- [31] T. Ono, H. Miyajima, K. Shigeto, K. Mibu, N. Hosoi, T. Shinjo, *Science* **284** (1999) 468-470
- [32] S. S. P. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas, *Science* **320** (2008) 190-194
- [33] J. Hudak, J. Blazek, A. Cverha, P. Gonda, R. Varga, *Sens. Actuators A* **156** (2009) 292-295
- [34] K. Richter, R. Varga, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Appl. Phys. Lett.* **96** (2010) 182507
- [35] R. Varga, A. Zhukov, V. Zhukova, J. M. Blanco, J. González, *Phys. Rev. B* **76** (2007) 132406
- [36] M. Ipatov, V. Zhukova, A. K. Zvezdin, A. Zhukov, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 103902
- [37] B. D. Popovic, *Skin effect and circuit concepts en Introductory Engineering Electromagnetics*, Addison-Wesley (1971)
- [38] L. Kraus, Z. Frait, K. R. Pirota, M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **254-255** (2003) 399-403
- [39] D. Menard, A. Yelon, *J. Appl. Phys.* **88** (2000) 379-393
- [40] J. H. E. Griffiths, *Nature* **158** (1946) 670-671
- [41] A. Yelon, D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3084-3085
- [42] L. Kraus, *Czech. J. Phys. B* **32** (1982) 1264
- [43] D. P. Makhnovskiy, L. V. Panina, C. García, A. P. Zhukov, J. González, *Phys. Rev. B* **74** (2006) 064205
- [44] H. García-Miquel, J. Carbonell, E. V. Boria, J. Sánchez-Dehesa, *Appl. Phys. Lett.* **94** (2009) 054103
- [45] Aichi Micro Intelligent Corporation: <http://www.aichi-mi.com/>

- [46] K. Mohri, Y. Honkura, *Sens. Lett.* **5** (2007) 267-270
- [47] Micromag. Pintura absorbente al radar basada en microhilos: <http://www.micromag.es/results.html>
- [48] P. Marin, A. Hernando, D. Cortina, J. J. Gómez, J. Calvo, *Electromagnetic radiation absorber based on magnetic microwires*, US Patent nº 7,336,215 B2 (2008)
- [49] A. M. de Aguilera, M. Vázquez, J. M. Valpuesta, J. L. Carrascosa, J. R. Arias-González, *Development of a magneto-optical intracellular nanomanipulator: bringing single-molecule techniques inside the cell*, EMSA 2010, W20.30
- [50] M. Vázquez, A. P. Zhukov, A. Antonenko, V. Larin, A. Torkunov, *Método de codificación y marcado magnético de objetos*, Patente Española P96-01993 (1996)
- [51] M. Vázquez, *Advanced Magnetic Microwires*, en *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*, Wiley (2007)
- [52] W. Wulfhekel, H. Ding, W. Lutzke, G. Steirl, M. Vázquez, P. Marin, A. Hernando, *Appl. Phys. A* **72** (2001) 463-470
- [53] A. F. Cobeño, A. Zhukov, J. M. Blanco, V. Larin, J. González, *Sens. Actuators A* **91** (2001) 95-98
- [54] W. H. Meiklejohn, C. P. Bean, *Phys. Rev.* **105** (1957) 904-913
- [55] S. Allende, J. Escrig, D. Altbir, E. Salcedo, M. Bahiana, *Nanotechnology* **20** (2009) 445707
- [56] K. R. Pirota, M. Hernández-Vélez, D. Navas, A. Zhukov, M. Vázquez, *Adv. Funct. Mater.* **14** (2004) 266-268
- [57] J. Torrejón, “*Estudio del acoplamiento magnetoelástico y magnetoestático en microsistemas multicapas bifásicos*”. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid (2008)
- [58] J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M. Bahiana, J. Torrejón, G. Badini, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 023907
- [59] K. Nielsch, F. J. Castano, S. Matthias, W. Lee, C. A. Ross, *Adv. Eng. Mater.* **7** (2005) 217-221
- [60] J. Escrig, D. Altbir, K. Nielsch, *Nanotechnology* **18** (2007) 225704
- [61] J. Torrejón, M. Vázquez, L. V. Panina, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 033911
- [62] J. Torrejón, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 023913
- [63] M. Vázquez, H. Pfützner, K. Pirota, G. Badini, J. Torrejón, *Multifunctional sensor based on multilayer magnetic microwires with magnetoelastic coupling*, Patente Europea PCT/ES2005/070173 (2006)
- [64] L. Kraus, Z. Frait, K. Pirota, H. Chiriac, *J. Magn. Magn. Mater* **254** (2003) 399-403
- [65] K. Mohri, T. Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina, Y. Honkura, M. Yamamoto, *IEEE Trans. Magn.* **38** (2002) 3063-3068

2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES Y DESARROLLO INSTRUMENTAL

2.1. Introducción

2.2. Fabricación de microhilos mono y bifásicos

2.2.1. Solidificación rápida y estiramiento

2.2.2. Electrodeposición del recubrimiento magnético

2.3. Microscopía electrónica de barrido con microanálisis de rayos X

2.4. Caracterización magnética

2.4.1. Ciclos de histéresis

2.4.1.a. Magnetómetro de inducción digital de elevada sensibilidad

2.4.1.b. Magnetómetro de muestra vibrante

2.4.2. Magnetoresistencia

2.4.3. Propagación de paredes de dominio

2.4.4. Magnetoimpedancia

2.4.5. Resonancia Ferromagnética

2.4.5.a. Medida en línea de transmisión coaxial

2.4.5.b. Medida en guía de onda cortocircuitada

2.5. Conclusiones

2.6. Referencias

2.1 Introducción

Este capítulo aborda una breve descripción de las principales técnicas experimentales utilizadas en la investigación a la que se refiere esta memoria. Se trata de algo más que una mera enumeración de equipos más o menos habituales ya que, en la realización de este trabajo, ha habido numeroso desarrollo instrumental que resulta novedoso en la aplicación a estas muestras. A tal respecto, cabe destacar los apartados 2.4.1.a y 2.4.5.a dedicados a la caracterización magnética estática y a alta frecuencia, respectivamente. En cuanto a las técnicas más conocidas y/o disponibles de manera comercial, en ningún caso se pretende describir exhaustivamente el funcionamiento de los distintos equipos utilizados. Se trata simplemente de proporcionar una visión global de sus principales características; además de referencias que completen la información que aparece en este capítulo. Muchas de las técnicas descritas a continuación son conocidas por sus siglas inglesas, por lo que serán habitualmente empleadas en el desarrollo de la memoria.

2.2 Fabricación de microhilos mono y bifásicos

Las muestras en forma de hilo estudiadas en esta tesis se han fabricado combinando técnicas de solidificación rápida y estiramiento y de electrodeposición. La primera de ellas permite obtener hilos ferromagnéticos amorfos con sección transversal micrométrica recubiertos de vidrio, mientras que la segunda se emplea para crecer un recubrimiento magnético alrededor de la capa aislante de vidrio.

2.2.1 Solidificación rápida y estiramiento

El objetivo de la solidificación rápida de una fase metálica líquida [1],[2] es conseguir enfriar rápidamente sus átomos constituyentes de manera que no puedan reordenarse hacia su estado de mínima energía: la estructura cristalina con orden de largo alcance. En los vidrios aislantes convencionales, las velocidades de enfriamiento necesarias para alcanzar tal desorden pueden ser tan reducidas como 10 K/s, mientras que para un metal puro este ritmo se eleva a unos 10^{10} K/s. En la actualidad no existen procedimientos experimentales que desarrollen semejantes velocidades de enfriamiento y por ello se añaden al metal puro pequeñas cantidades de metaloides que consiguen reducir el ritmo de enfriamiento necesario a 10^6 K/s. Las aleaciones típicas obtenidas mediante enfriamiento rápido son termodinámicamente metaestables y tienen composiciones del tipo MT_xM_y ; donde MT es un metal de transición (Fe, Co, Ni) y M es un metaloide (Si, B, P). El porcentaje atómico x se encuentra habitualmente

entorno al 70-80%. En algunas ocasiones, se incorporan pequeños porcentajes de otros elementos como Cr, Mn, Al, Cu o Nb para mejorar las propiedades mecánicas, magnéticas o la resistencia a la corrosión [3],[4]. Las principales ventajas de las técnicas de solidificación rápida son el amplio rango de variación de los parámetros de fabricación (tanto geométricos como físicos) y la posibilidad de producir decenas/centenares de metros de muestra de manera continua.

El paso previo a la obtención de vidrios metálicos en forma de microhilo es la preparación de la aleación madre. En esta tesis se ha utilizado un horno de arco eléctrico MAM-1 de la compañía Edmund-Bühler [5] para preparar pastillas de 5 g de peso mediante fundido en atmósfera protectora de Ar de los elementos puros (proporcionados por Sigma-Aldrich y Alfa-Aesar y con pureza igual o superior al 99.9%).

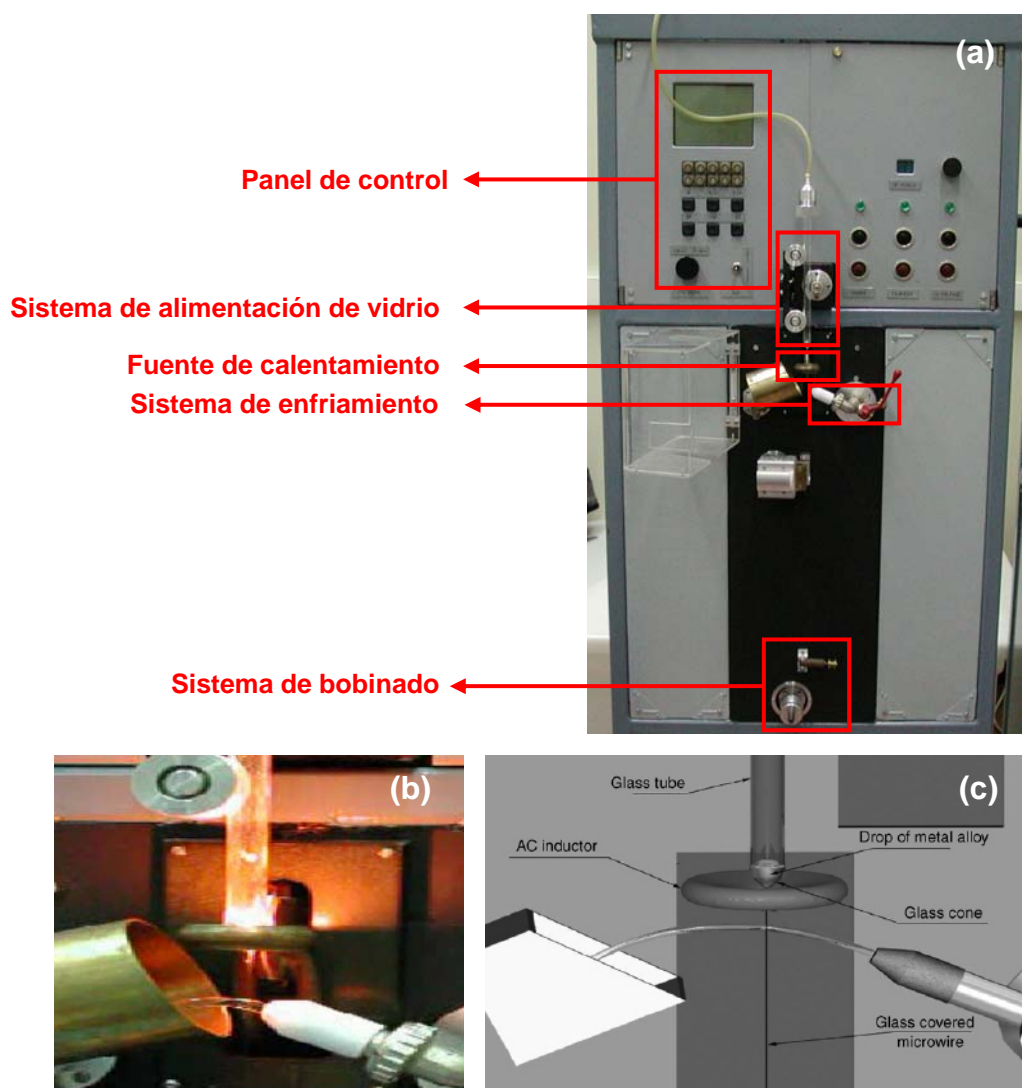


Figura 2.1 Fabricación de microhilos amorfos recubiertos de vidrio. (a) y (b) Imágenes del equipo de solidificación rápida de los laboratorios del ICMM-CSIC. (c) Esquema explicativo (Fuente: [4]).

2.2 Fabricación de microhilos mono y bifásicos

Los microhilos amorfos recubiertos de vidrio se han producido mediante el método modificado de Taylor-Ulitovsky [6]. La técnica consiste (ver Figuras 2.1(b),(c)) en el estiramiento de un capilar vítreo (comúnmente Pyrex) dentro del cual está confinada la aleación madre. Una bobina de inducción por la que circula un voltaje AC funde la aleación metálica, que a la vez ablanda el vidrio y permite el estiramiento de la fibra resultante. A continuación, el material se enfría rápidamente al paso por un flujo continuo de agua. Una vez solidificado, el microhilo recubierto de vidrio se bobina mediante un dispositivo rotatorio situado en la parte inferior del equipo que asegura la continuidad del proceso (ver Figura 2.1(a)). El espesor del recubrimiento de vidrio y el diámetro del núcleo metálico están regulados por una serie de parámetros que se pueden controlar de manera automática/manual en el equipo de fabricación (Figura 2.1(a)): i) el desplazamiento vertical del tubo de vidrio y la distancia de la aleación a la espira de inducción, ii) la velocidad de rotación de la bobina que enrolla el hilo e ii) el vacío en el interior del tubo de Pyrex.

Este método de fabricación permite el control de la microestructura y de las características geométricas de este tipo de hilos (el radio metálico y el espesor de vidrio), de tal forma que su comportamiento magnético queda estrictamente determinado. Como ya se comentó en la introducción, el recubrimiento de vidrio induce una configuración de tensiones residuales en el núcleo metálico durante el proceso de enfriamiento, mientras que la composición de la aleación determina su constante de magnetostricción λ_s . Ambas magnitudes determinan la anisotropía magnetoelástica que rige el comportamiento magnético de estos materiales [3],[4].

2.2.2 Electrodeposición del recubrimiento magnético

Esta técnica se emplea únicamente en la fabricación de los microhilos bifásicos y requiere disponer de un sustrato conductor sobre la superficie de vidrio del microhilo obtenido mediante el procedimiento anterior. Para ello, se ha depositado una lámina delgada de Au en un *sputtering* comercial de bajo vacío [7]. Los parámetros utilizados en el proceso han sido: 15 mA de corriente de plasma, 10^{-1} mbar de presión en la cámara de vacío y 6 minutos de tiempo de exposición que, de acuerdo a la tasa de crecimiento especificada por el fabricante, corresponden aproximadamente a una capa de Au de 30 nm de espesor. En principio, se podrían haber utilizado técnicas de deposición en fase de vapor que no requieren un sustrato conductor para el crecimiento de la capa magnética externa y de esta forma evitar este paso intermedio, pero son solo adecuadas para espesores nanométricos y además son relativamente caras y complejas. Por el contrario, la electrodeposición es un procedimiento barato y sencillo para obtener recubrimientos micrométricos, que son los interesantes en este trabajo.

La electrodeposición [8],[9] es un proceso de oxidación-reducción por el cual los iones metálicos presentes en una disolución se incorporan a un sustrato conductor mediante una reacción química del tipo:



Esta reacción, que generalmente es reversible, está caracterizada por un potencial de equilibrio conocido como potencial de reducción. Para potenciales inferiores a este, la reacción que tiene lugar es una reducción que origina el crecimiento de la película. En caso contrario, la película se disuelve. Una vez conocido el significado del potencial de reducción, puede entenderse la necesidad de hacer circular una corriente eléctrica mediante una fuente externa para depositar ciertos materiales. Dicha fuente aplicará una diferencia de potencial entre los electrodos que aportará la energía necesaria para vencer la tendencia espontánea del metal a conservarse en forma iónica y conseguir su reducción. La reacción de reducción (2.1) ocurre en el cátodo y generalmente va acompañada de desprendimiento de Hidrógeno:



Por otro lado, las reacciones de oxidación tienen lugar en el ánodo y son distintas según sea este soluble o insoluble. Si se utilizan ánodos insolubles (Pt por ejemplo), la reacción necesaria para el paso de la corriente va a ser la oxidación de alguno de los componentes de la disolución. Una posible reacción es la evolución anódica de Oxígeno, que en el caso de un medio ácido ocurre de acuerdo a:



pero también pueden aparecer reacciones que den lugar a modificaciones de la composición del electrolito o a la pasivación del ánodo.

Existen dos posibles formas de realizar el proceso de electrodeposición: controlar la densidad de corriente entre ánodo y cátodo o la diferencia de potencial entre el sustrato y un tercer electrodo de referencia. La primera de ellas es la más sencilla, se conoce como electrodeposición galvanostática y es la que se va a utilizar en esta memoria. En este caso se utiliza una fuente estabilizada en corriente o galvanostato para controlar el flujo de iones al sustrato. El principal inconveniente de este método es que el potencial entre los electrodos varía a medida que crece el depósito y con él la composición del material obtenido. Por lo tanto, deben realizarse electrodeposiciones de corta duración para garantizar la homogeneidad de la muestra.

Los elementos necesarios para realizar una electrodeposición aparecen en la Figura 2.2, que muestra el sistema experimental empleado en esta memoria, y son los siguientes:

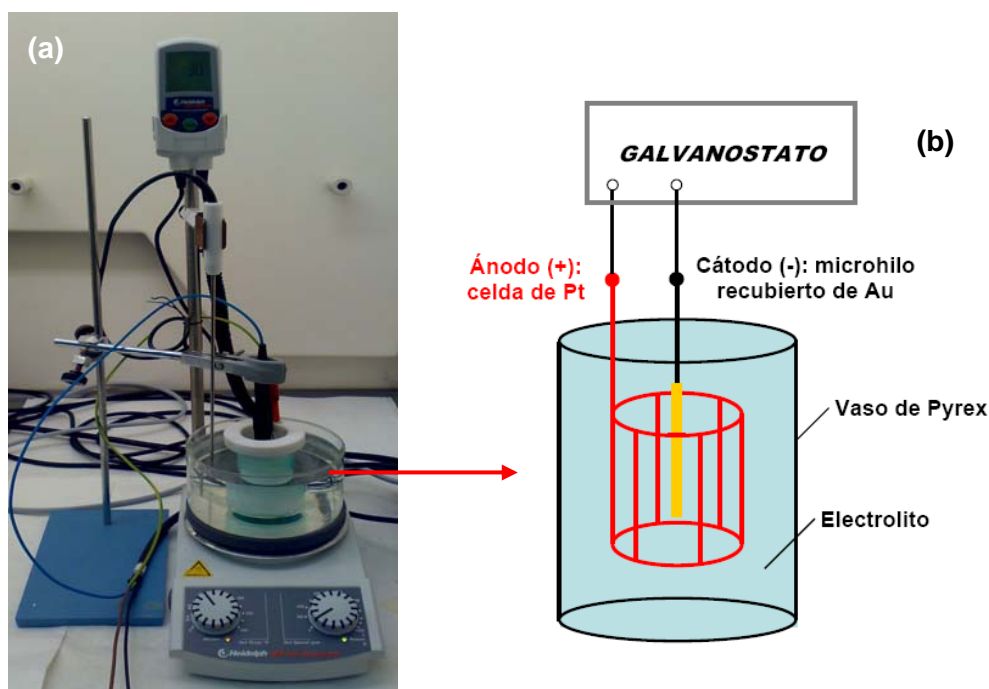


Figura 2.2 Electrodeposición galvanostática del recubrimiento magnético. (a) Imagen del dispositivo experimental en los laboratorios del ICM-CCS. (b) Esquema de la celda electrolítica utilizada.

Electrodos: para realizar una electrodeposición galvanostática son necesarios dos electrodos: un sustrato conductor (el microhilo recubierto de Au) que actúa como cátodo y un ánodo metálico, que en este caso es una malla de Pt con geometría cilíndrica cosida entorno a una estructura de teflón.

Fuente de corriente: el control de la densidad de corriente ($j=12 \text{ mA/cm}^2$ en los experimentos) se ha realizado mediante un potenciostato/galvanostato AMEL Instruments 2053 [10].

Celda electrolítica: El recipiente que contiene el electrolito es un *beaker* de Pyrex. La celda se completa con una placa calefactora que controla la temperatura y la agitación del electrolito.

Electrolitos:

En la electrodeposición de CoNi se ha utilizado una disolución al 50% en volumen de dos baños de Watts de Co y Ni [9],[11]:

-Solución de Ni: $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (300 g/l), $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (45 g/l), H_3BO_3 (45 g/l) y agua purificada, con un pH de 4.5.

-Solución de Co: $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (300 g/l), $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (45 g/l), H_3BO_3 (45 g/l) y agua purificada, con un pH de 4.3.

El ácido bórico se usa comúnmente como agente amortiguador en estas soluciones al ser muy efectivo en la estabilización del valor del pH en el cátodo. La solución de CoNi tiene un pH de 4.4 y se ha electrodepositado con agitación magnética a 35 °C durante un tiempo máximo de 90 minutos.

En la electrodeposición de FeNi se ha partido, al igual que en el caso anterior, de una solución comúnmente utilizada en la literatura [11],[12] compuesta por $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (8 g/l), $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (125 g/l), $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (20 g/l), H_3BO_3 (40 g/l), sacarina (6 g/l) y agua purificada. El valor de pH inicial (2) se ha ajustado a 2.8 añadiendo pequeñas cantidades de una solución de KOH 1M. La electrodeposición se ha realizado con agitación magnética a 55 °C durante un tiempo máximo de 60 minutos.

2.3 Microscopía electrónica de barrido con microanálisis de rayos X

Cuando un haz de electrones acelerados incide sobre una muestra se producen distintos procesos de interacción que dan lugar a una serie de señales (electrones reflejados, electrones secundarios, luz o rayos X). Estas señales, convenientemente recogidas y analizadas, proporcionan diversa información acerca de la muestra. En este trabajo se han utilizado dos de estas señales: la emisión de electrones secundarios, para el estudio de la topografía de la superficie, y la emisión de rayos X, para determinar la composición de la muestra.

En un metal los electrones secundarios se producen por la interacción entre los electrones del haz, altamente energéticos, y los electrones de la banda de conducción, débilmente ligados. Debido a la diferencia tan grande de energías, sólo una parte pequeña de la energía cinética de los electrones del haz se transfiere a los electrones del sólido, por lo que los electrones salen del mismo con baja energía, típicamente del orden de 5 eV. Esto hace que la emisión de electrones secundarios hacia el exterior del sólido se produzca en una región de pocos nanómetros de espesor desde la superficie, lo que permite una resolución del orden del diámetro del haz (10-20 nm). La cantidad de electrones secundarios recogidos en el detector depende de la inclinación de la superficie, del incremento de emisión en áreas con mayor superficie y del efecto sombra creado por protuberancias y agujeros en el material. Esto hace que la imagen de electrones secundarios refleje la topografía de la superficie [13].

Al excitar la muestra con el haz de electrones también se producen rayos X. La energía de la radiación emitida es característica del átomo que la emite por lo que, analizando la energía de los fotones emitidos por la muestra, es posible conocer su composición. Se puede analizar la composición promedio de todo el área barrida por el haz o, sincronizando el barrido con la detección de rayos X, realizar un mapa composicional. La resolución espacial de la técnica EDX (*Energy-dispersive X-ray spectroscopy*), típicamente del orden de unidades de μm , es bastante inferior al diámetro del haz.

El análisis de la topografía y de la composición de las muestras se ha llevado a cabo en el laboratorio de microscopía FE-SEM del ICMM-CSIC [14] y en el SIDI de la UAM [15].

2.4 Caracterización magnética

En este apartado, dedicado a la medida de propiedades magnéticas, es dónde se ha realizado un mayor esfuerzo experimental. Se han adaptado dispositivos y técnicas a los requerimientos específicos de las muestras analizadas. La novedad y originalidad de algunos de los montajes realizados está avalada por su publicación en revistas y por su presentación en congresos.

2.4.1 Ciclos de histéresis

La medida de las curvas de imanación axiales se ha realizado combinando dos equipos complementarios: un magnetómetro de inducción digital desarrollado específicamente durante esta tesis y un magnetómetro de muestra vibrante (VSM) comercial. El primero de ellos permite una caracterización rápida y precisa del ciclo de histéresis a bajo campo de un único microhilo (incluso de muestras con sección transversal cercana a 1 μm); mientras que el segundo se ha empleado para la medida de los ciclos de histéresis en un rango de campos magnéticos más elevado que el primer dispositivo no puede proporcionar y para estudiar la dependencia angular.

2.4.1.a Magnetómetro de inducción digital de elevada sensibilidad

La herramienta básica para la caracterización de un material magnético blando es un sistema fiable para la medida de su ciclo de histéresis a bajo campo. Para tal fin, los magnetómetros comerciales como el de muestra vibrante (VSM) o el SQUID son equipos extremadamente sensibles y pueden proporcionar excelentes medidas. Sin embargo, presentan algunas limitaciones para la caracterización de materiales magnéticos muy blandos como son la presencia de un campo remanente perturbador, un tiempo de medida largo y un reducido espacio para la muestra. Estos hechos, junto con su elevado coste, han motivado a los científicos que trabajan en este campo a desarrollar sus propios magnetómetros de inducción [16]-[23], que son equipos mucho más versátiles.

Siguiendo esta línea, se ha desarrollado un magnetómetro de elevada sensibilidad para la medida del ciclo de histéresis axial de los microhilos estudiados en este trabajo. El proyecto ha sido realizado en colaboración con el Dr. M. Butta perteneciente al Laboratorio de Sensores y Magnetismo de la Universidad Técnica en Praga (CTU). El equipo propuesto está basado íntegramente en el procesado digital de la señal (integración del voltaje, compensación fina del flujo magnético y reducción del ruido) y soluciona algunos de los problemas presentes

en dispositivos similares. Su diseño es extremadamente sencillo y económico (tiene un precio estimado inferior a 2500 €) y está basado por completo en equipamiento comercial usual en cualquier laboratorio. El magnetómetro se ha aplicado con éxito a la caracterización de un único microhilo amorfo recubierto de vidrio con un núcleo metálico de 1.5 μm de diámetro (ver imagen SEM en el apartado 3.2.1). Antes de describir su funcionamiento, conviene recordar el principio de operación de este tipo de sistemas así como sus principales problemas.

▪ Sobre los magnetómetros de inducción

El principio de funcionamiento de un magnetómetro de inducción es la aplicación de un campo magnético armónico H y la medida simultánea del flujo magnético total ϕ_T inducido en una bobina de *pick-up* situada lo más cerca posible de la muestra. De acuerdo a la ley de Faraday, el voltaje inducido en esta bobina V_{ind} es proporcional a la derivada temporal del flujo magnético. Este voltaje se integra y se divide por el área transversal de la muestra para obtener la inducción magnética B . El campo H se calcula habitualmente midiendo la corriente que circula por la bobina excitadora. Este método presenta inconvenientes en el caso de muestras con sección transversal reducida, como los microhilos magnéticos, para los que el flujo magnético total es comparable al flujo que no atraviesa la muestra o “flujo en aire” ϕ_{aire} . Para minimizar esta contribución, se coloca una bobina de *pick-up* adicional (idéntica a la otra y llamada de referencia) que se conecta en serie-oposición a la bobina detectora que contiene la muestra. De esta manera se obtiene la imanación M del material.

La mayoría de los magnetómetros desarrollados para tal fin se han construido utilizando equipos analógicos [17]-[22] en los que el voltaje inducido en las bobinas detectoras es preamplificado y posteriormente integrado mediante un integrador analógico o flúxmetro que devuelve una señal proporcional a la imanación M del material. La corriente que fluye a través del solenoide excitador se mide mediante una resistencia en serie para obtener una señal proporcional a H . Finalmente, se utiliza un osciloscopio en modo X-Y para visualizar el ciclo de histéresis. Estos métodos requieren procedimientos de corrección de la deriva o *drift* del integrador [17]-[19] y no son excesivamente eficaces para muestras con sección transversal reducida como las estudiadas en esta tesis. Por otro lado, en la mayoría de los casos es además necesario promediar un número enorme de barridos para obtener una señal aceptable [20]. Ello es debido a la baja relación señal-ruido, determinada por la pequeña contribución del flujo magnético de la muestra al flujo magnético total. Además, en la medida del ciclo de histéresis cuasiestático, la inherentemente baja señal puede hacerse comparable al ruido del flúxmetro.

La situación es susceptible de mejorar bastante si se utiliza un dispositivo basado íntegramente en el procesamiento digital de la señal y no en equipos analógicos. La conversión analógico-digital se realiza habitualmente a la salida del flúxmetro [20], mientras que el equipo aquí propuesto digitaliza e integra numéricamente el voltaje proveniente de las bobinas de *pick-*

2.4 Caracterización magnética

up. Ha habido algunos intentos previos en esta dirección [23], dónde se adquieren ambas señales mediante un osciloscopio digital y posteriormente se envían a un PC para su procesado. Desafortunadamente, este tipo de dispositivos no muestran mejoras sustanciales respecto a los sistemas analógicos tradicionales y todavía requieren promediar miles de barridos. El motivo es que un osciloscopio no es el mejor instrumento para digitalizar la señal en este caso ya que posee una elevada frecuencia de muestreo pero una pobre resolución vertical, mientras que un magnetómetro de inducción requiere elevada resolución (la relación señal-ruido es muy baja) y no es tan demandante en términos de frecuencia de muestreo (analiza el comportamiento cuasiestático). Para este propósito, una tarjeta de adquisición de datos es un dispositivo mucho más adecuado. Esta idea se ha aplicado anteriormente a materiales *bulk* de sección transversal muy elevada [24],[25] en los que la medida del ciclo de histéresis resulta sencilla, mientras el propósito del equipo aquí descrito es justo el contrario.

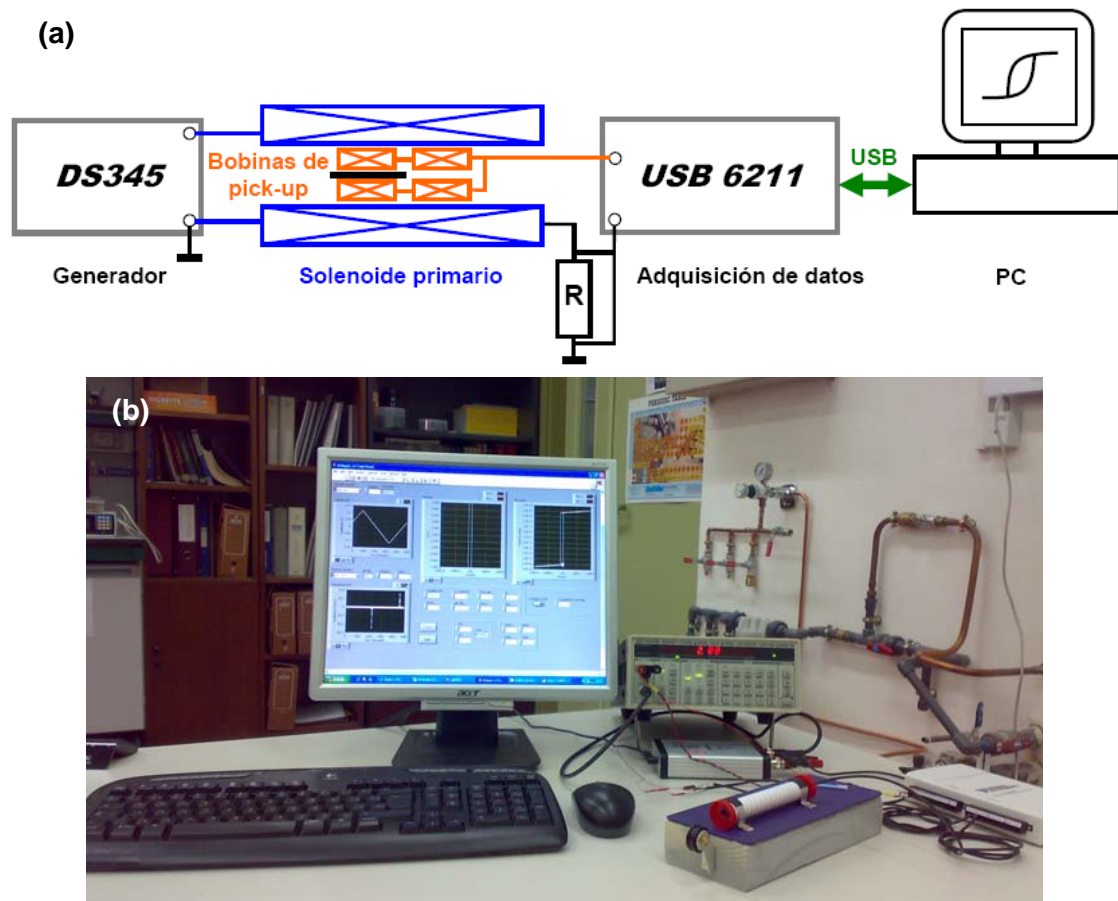


Figura 2.3 Magnetómetro de inducción digital para la medida del ciclo de histéresis axial de muestras en forma de microhilos magnéticos. (a) Esquema del dispositivo (la posición de la muestra se señala en negro). (b) Imagen del equipo en los laboratorios del ICMM-CSIC.

▪ Descripción del sistema

La Figura 2.3(a) muestra un esquema del magnetómetro. El circuito primario está formado por un generador de funciones (Stanford Research DS345) y un amplificador de

corriente (e-SEGAINVEX) conectado al solenoide excitador (2074 vueltas bobinadas con hilo de Cu de 0.4 mm entorno a un tubo de Pyrex de 9 mm de diámetro externo y 12 mm de largo) que proporciona un campo magnético máximo de unos 8 kA/m. El circuito secundario consiste simplemente en el par de bobinas de *pick-up* (de 10 mm de longitud y 310 vueltas bobinadas con hilo de Cu de 0.05 mm entorno a un capilar de Pyrex de 1.1 mm de diámetro externo). La conversión analógica-digital de las señales (caída de voltaje en la resistencia R y voltaje inducido en el par de bobinas secundarias) se realiza a una frecuencia de muestreo de 250 kHz con 16 bit de resolución y entrada diferencial por medio de una tarjeta de adquisición de datos de propósito general (National Instruments NI USB-6211 [26]). El voltaje inducido no se ha preamplificado, pero se aprovecha la amplificación proporcionada por la tarjeta seleccionando el rango de voltaje mínimo (0.2 V). El procesamiento de las señales y la representación del ciclo de histéresis se han realizado mediante un *software* basado en LabVIEW.

Mientras que el campo magnético excitador H se calcula simplemente a partir de la medida de la corriente que fluye a través de la resistencia R (conocidos los parámetros de la bobina primaria), el cálculo realizado para obtener la imanación de la muestra es ligeramente más complejo y se han considerado dos opciones:

- i) El voltaje inducido V_{ind} en el par de bobinas detectoras se integra digitalmente para obtener el flujo magnético total ϕ_T . El *drift*, un problema típico de los integradores analógicos, se elimina sustrayendo numéricamente el valor medio de la señal antes de la integración. Finalmente, el flujo magnético computado se divide por el área transversal de la muestra $A_{muestra}$ para obtener la imanación M . No obstante, y tal y como ya se ha comentado, habrá que sustraer al flujo total ϕ_T medido una contribución ϕ_{aire} proporcional a H para obtener el flujo magnético real ϕ que atraviesa la muestra. Para ello, el *software* de medida calcula la permeabilidad relativa μ_r de manera que el usuario puede ajustar un coeficiente de proporcionalidad entre ϕ_{aire} y H hasta obtener $\mu_r=1$ en saturación (i.e. pendiente nula). Si no se utilizara bobina de compensación: $\phi_{aire}=\mu_0 H(A_{pick-up}-A_{muestra})\simeq\mu_0 A_{pick-up}H$, donde $A_{pick-up}$ es la sección transversal de la bobina detectora ($A_{muestra}\ll A_{pick-up}$). En este caso, el coeficiente de proporcionalidad sería $\mu_0 A_{pick-up}$. Sin embargo, al utilizar bobina de compensación la mayoría de ϕ_{aire} está ya eliminado y en ese caso el usuario debe introducir el coeficiente que complete la compensación. (la corrección numérica del “flujo en aire” es necesaria incluso cuando se utiliza bobina compensatoria ya que en la práctica existen pequeñas diferencias en la geometría y posición de las dos bobinas detectoras).
- ii) El segundo método está basado en el hecho de que V_{ind} tiene dos componentes: un voltaje debido al cambio de imanación en la muestra y un voltaje V_{aire} provocado por el cambio de ϕ_{aire} , que se sustrae antes de la integración y de esta manera se calcula ϕ . Para computar V_{aire} se deriva el campo H y se multiplica por una constante que debe ser introducida por el usuario. Ya que la cantidad de ϕ_{aire} no corregida no se conoce a priori, este coeficiente debe ser tal que proporcione $\mu_r=1$ en saturación.

2.4 Caracterización magnética

En cualquiera de los casos anteriores el usuario debe introducir un parámetro para realizar la compensación del flujo en aire (realizada antes o después de la integración) y debe proporcionar la sección transversal de la muestra para que el programa muestre el eje Y del ciclo de histéresis en unidades de imanación. La sección transversal del hilo puede determinarse bien de manera directa (mediante imágenes SEM) o se puede ajustar en el programa hasta que la imanación de saturación M_S alcance el valor esperado para el material. Finalmente, decir que en ambos casos se ha utilizado una rutina de promediado para reducir el nivel de ruido de la señal.

▪ Ejemplos ilustrativos

La mejor manera de probar el funcionamiento del sistema es mediante ejemplos de medidas de ciclos de histéresis en hilos de varios diámetros y con diferentes procesos de imanación. Es lo que se va a hacer en este apartado donde se muestran curvas de imanación a 51 Hz de microhilos recubiertos de vidrio de 15 mm de longitud representadas en la forma ϕ - H (y no en la usual M - H) para comparar la amplitud del flujo magnético a medida que disminuye la sección transversal de la muestra.

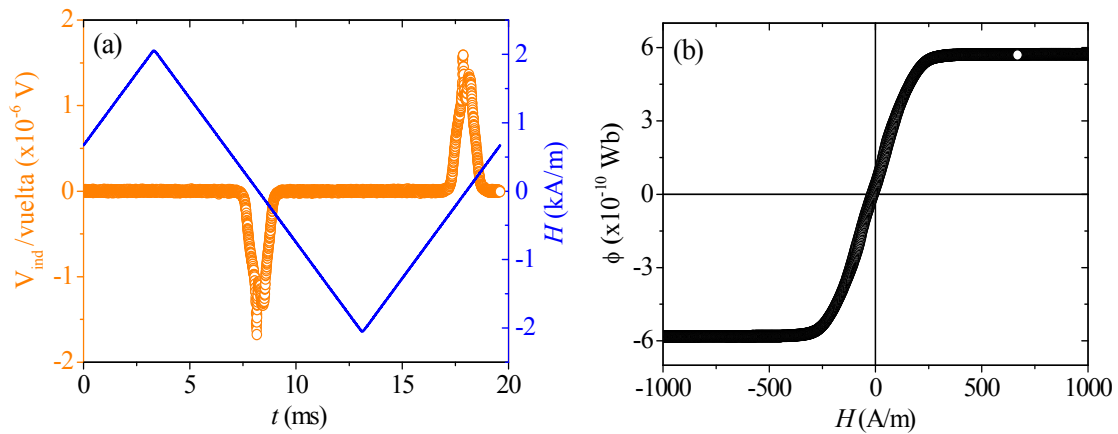


Figura 2.4 (a) Voltaje inducido V_{ind} y campo H como función del tiempo para un microhilo recubierto de vidrio de $(Co_{0.94}Fe_{0.06})_{72.5}Si_{12.5}B_{15}$ con radio $a=15 \mu m$ (el diámetro total es de $40 \mu m$). (b) El correspondiente ciclo de histéresis medido a 51 Hz, promediado 100 veces.

La Figura 2.4(a) muestra las formas de onda adquiridas (el esquema de colores es el mismo que en la Figura 2.3(a)) para un microhilo recubierto de vidrio con composición $(Co_{0.94}Fe_{0.06})_{72.5}Si_{12.5}B_{15}$ y radio metálico $a=15 \mu m$. El correspondiente ciclo de histéresis se presenta en la Figura 2.4(b). En este caso, el volumen magnético de la muestra es lo suficientemente elevado como para permitir una medida precisa. Al reducir el radio del hilo, la relación señal-ruido empeora ya que el flujo magnético es más bajo mientras que el ruido permanece constante. Las formas de onda medidas en un microhilo con composición $(Co_{0.94}Fe_{0.06})_{72.5}Si_{12.5}B_{15}$ y radio metálico de $7 \mu m$ (ver apartado 3.2.3) y el ciclo resultante se muestran en la Figura 2.5. El flujo magnético y el voltaje inducido son casi un orden de

magnitud inferiores que en el caso anterior. El ruido representa en este caso una parte sustancial de la señal, pero todavía se obtiene un ciclo de histéresis aceptable al promediar la señal.

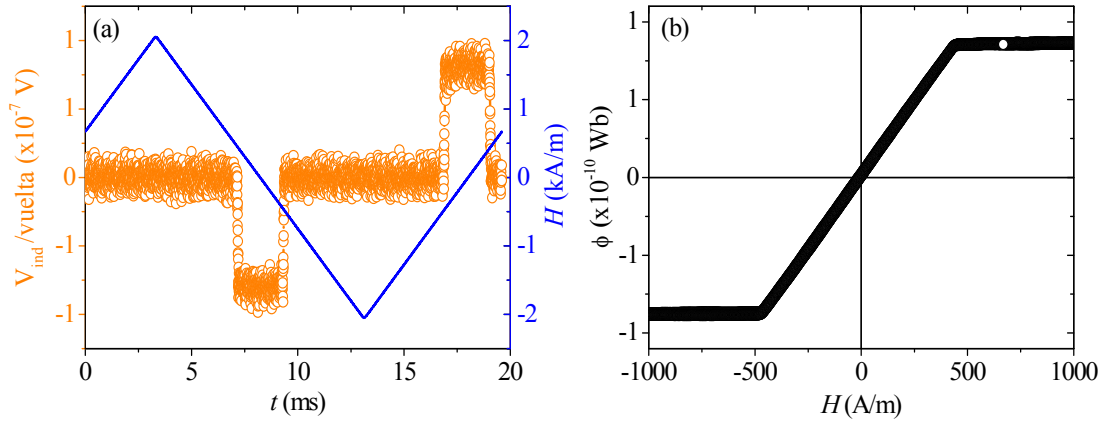


Figura 2.5 (a) Voltaje inducido V_{ind} y campo H como función del tiempo para un microhilo recubierto de vidrio de $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.84}\text{Ni}_{1.44}\text{B}_{11.53}\text{Si}_{14.57}\text{Mo}_{1.66}$ con radio $a=7\text{ }\mu\text{m}$ (el diámetro total es de $42\text{ }\mu\text{m}$). (b) El correspondiente ciclo de histéresis medido a 51 Hz; promediado 100 veces.

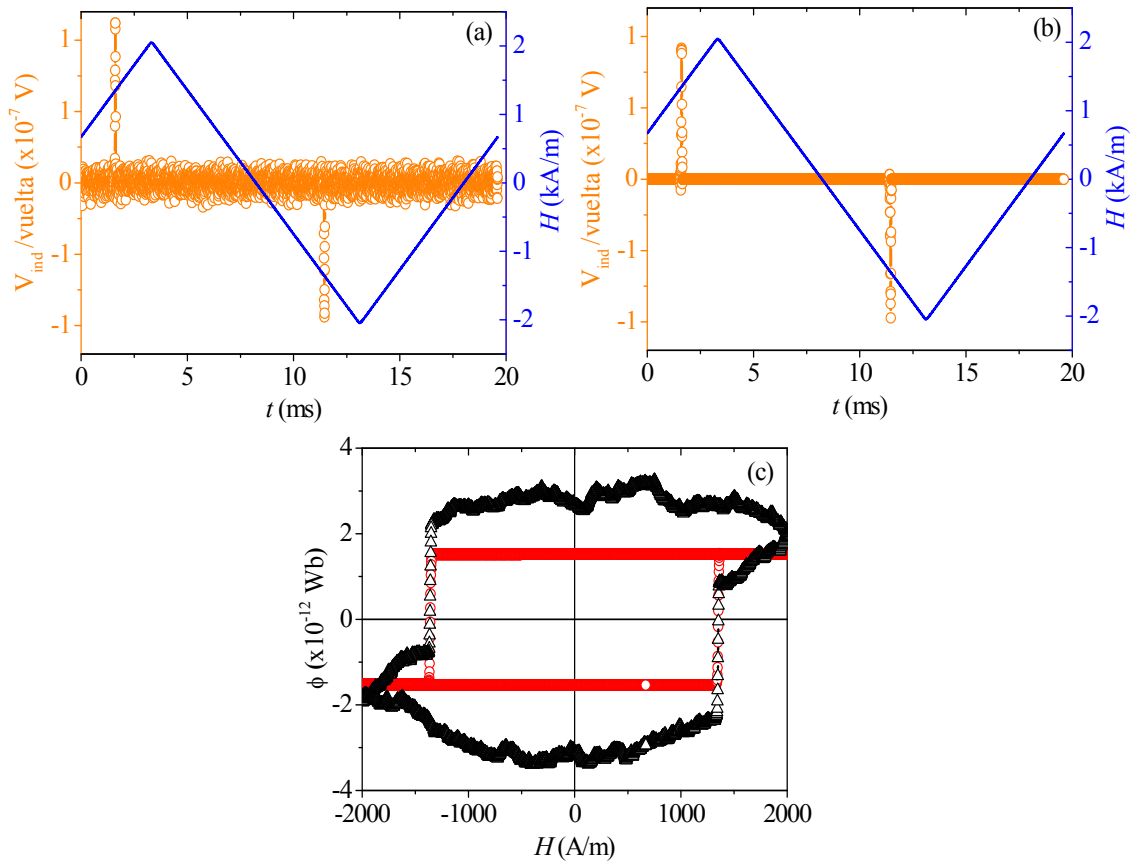


Figura 2.6 Voltaje inducido V_{ind} y campo H como función del tiempo para un microhilo recubierto de vidrio de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ con radio $a=0.75\text{ }\mu\text{m}$ (el diámetro total es de $27.5\text{ }\mu\text{m}$) (a) antes y (b) después de eliminar el ruido en saturación. (c) El correspondiente ciclo de histéresis medido a 51 Hz y promediado 100 veces (Δ) antes y (\circ) después de eliminar el ruido en saturación.

2.4 Caracterización magnética

La sensibilidad del equipo se ha probado en un microhilo de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ submicrométrico de $0.75\ \mu\text{m}$ de radio (ver ciclos e imágenes SEM del apartado 3.2.1). En este caso, el flujo es extremadamente bajo y el ruido representa una parte sustancial de la señal. Además, los picos de voltaje debidos a la inversión de la imanación son bastante estrechos ($\approx 0.1\ \text{ms}$) como puede verse en la Figura 2.6(a). El ciclo promediado resultante (en negro en la Figura 2.6(c)) es extremadamente ruidoso. En este caso ha sido necesario realizar una corrección de la forma de onda basada en la observación de las propiedades físicas del material: la imanación invierte rápidamente y es prácticamente constante en el resto del periodo de medida (fuera del corto tiempo de los picos de V_{ind}). En esta región el voltaje de salida debiera ser cero y se puede asumir que la señal es básicamente ruido. Por lo tanto, parece razonable forzar numéricamente a que ese voltaje sea nulo. El *software* de medida permite seleccionar dos ventanas (correspondientes a los picos de V_{ind}) en los que la señal permanece inalterada; mientras que la señal fuera de los mismos (i.e. el ruido) se pone a cero (ver Figura 2.6(b)). Para realizar este tratamiento se utiliza el método ii) de cálculo de la imanación anteriormente explicado. Se debe mencionar que el ajuste realizado no supone una modificación artificial de los datos ya que no se altera el sentido físico de la señal: la frecuencia de muestreo es lo suficientemente elevada para poder definir cada pico con un número suficiente de puntos (≈ 30) lo que resulta en una transición bien definida entre los dos estados de saturación. Además, el ciclo medido mediante esta técnica (en rojo en la Figura 2.6(c)) coincide perfectamente con el determinado en un magnetómetro de muestra vibrante comercial (ver Figura 3.3(a) del siguiente capítulo), lo que proporciona una evidencia clara de que la corrección empleada respeta el sentido físico de la medida.

El magnetómetro propuesto se ha empleado con éxito para la caracterización precisa de un hilo ferromagnético biestable de $0.75\ \mu\text{m}$ de radio metálico, lo que representa una novedad respecto al mismo tipo de medidas realizadas utilizando técnicas de magnetometría comparables y es principalmente debido a la elevada resolución de la tarjeta de adquisición de datos utilizada. Las medidas en este sistema son mucho más rápidas y sencillas que las efectuadas en equipos basados en integración analógica o en digitalización mediante de un osciloscopio, ya que en general solo requieren promediar 100 periodos para obtener una señal estable. Además, el tratamiento digital de la señal permite realizar mecanismos de corrección de la señal simples y efectivos como el propuesto. La modificación de la geometría de las bobinas permitiría utilizar el sistema para la caracterización de otro tipo de materiales blandos como láminas delgadas [21]. Finalmente cabe señalar que, debido a la simplicidad y buen funcionamiento del equipo, el laboratorio Checo de la CTU ha implementado un magnetómetro completo (alimentación del solenoide primario, conversión analógica-digital de las señales y adquisición de datos) en una placa PCB [27], tal y como muestra la Figura 2.7. El *software* de medida utilizado es similar al descrito en párrafos anteriores.

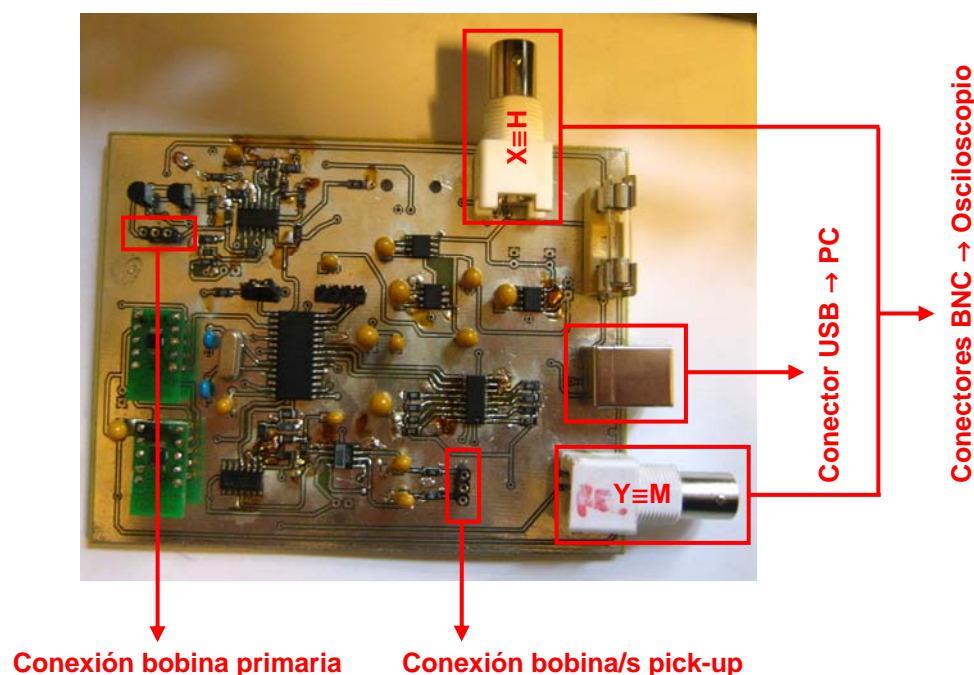


Figura 2.7 Magnetómetro de inducción en una placa PCB desarrollado por la CTU (Fuente: [27]).

2.4.1.b Magnetómetro de muestra vibrante

Esta técnica fue desarrollada por Foner, quien construyó el primer magnetómetro de muestra vibrante (*Vibrating Sample Magnetometer*, VSM) en 1959 [28]. Su funcionamiento está también basado en la ley de inducción de Faraday. Para medir la imanación de un material magnético mediante este sistema, se sitúa la muestra entre dos bobinas detectoras y se la hace vibrar con un movimiento armónico simple. Para medir la imanación de una muestra es necesario calibrar el sistema previamente, relacionando el valor de la imanación de un patrón con el voltaje que este induce. El registro de los ciclos de histéresis se ha realizado en el ICMC/CSIC mediante un VSM modelo EV7 de la compañía LOT-Oriel [29] Este sistema utiliza un electroimán para aplicar un campo externo máximo de 1.8 T, dependiendo de la distancia entre sus polos. La precisión con la que el sistema es capaz de estabilizar el campo aplicado es inferior a 0.1 Oe y la distancia máxima entre las piezas polares es de 82 mm. Las partes más importantes del VSM son: el vibrador que provoca el movimiento oscilatorio de la muestra, el sistema de sujeción de la varilla sobre la que se coloca esta, las bobinas de detección y el electroimán. El voltaje alterno inducido en las bobinas se detecta mediante un amplificador *lock-in* que evita las derivas y filtra todas las señales que no sean de la misma frecuencia que la oscilación de la muestra.

2.4.2 Magnetoresistencia

El estudio de la magnetoresistencia de las muestras en forma de hilo se ha realizado en un montaje típico como el señalado en la Figura 2.8. La muestra se coloca en un portamuestras rotatorio en el interior de un criostato Oxford Instruments DN1710 de Nitrógeno líquido que permite variar la temperatura entre 80 y 400 K. La temperatura está controlada por un controlador ITC 503 de la misma casa que garantiza una estabilidad térmica de ± 0.1 K durante las medidas. La resistencia del material se ha medido mediante la técnica de las cuatro puntas empleando una fuente de corriente Keithley 220 y un multímetro Keithley 2002. El campo magnético (0.8 T máximo) es proporcionado por un electroimán Oxford Instruments Newport Series N177 alimentado por una fuente bipolar de la casa Bouhnik y su medida se realiza mediante una sonda Hall y un gaussímetro 455 DSP de la compañía LakeShore. Un PC proporciona el control automático y la toma de datos mediante lenguaje LabVIEW e interfaz GPIB.

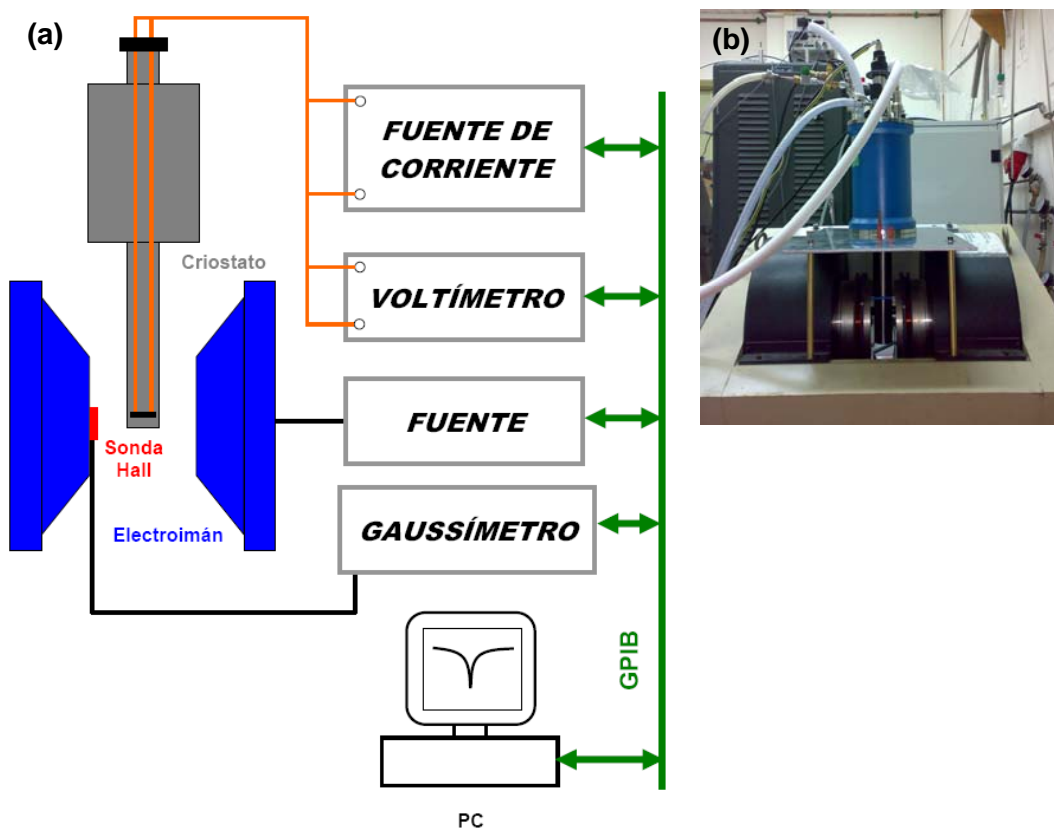


Figura 2.8 Montaje para la medida de magnetoresistencia. (a) Esquema del equipo (la posición de la muestra se señala en negro) y (b) imagen del dispositivo experimental en los laboratorios del ICMM-CSIC.

2.4.3 Propagación de paredes de dominio

Tal y como se explicó en el Capítulo 1, los microhilos amorfos ricos en Fe presentan un ciclo de histéresis rectangular caracterizado por un salto Barkhausen gigante, el cual está asociado a la propagación de una única pared de dominio a lo largo del hilo. La técnica empleada para el estudio de la propagación de esta pared está basada en el método clásico de Sixtus y Tonks [30],[31] que ha sufrido modificaciones y mejoras a lo largo de los años para poder determinar el sentido de propagación y la posición en la que se nuclea la pared de dominio [32]. Este dispositivo inductivo se puede utilizar en microhilos debido a las dimensiones transversales micrométricas de las muestras, aunque los resultados son análogos si se utiliza una técnica basada en efecto Kerr [33] como la comúnmente empleada en nanohilos. En la Figura 2.9(a) puede observarse un esquema del dispositivo experimental utilizado en los laboratorios del ICM-SCIC y en la Universidad Pavol Jozef Šafárik de Košice (Eslovaquia) en colaboración con el Dr. R. Varga. Son necesarias 3 bobinas para la medida: un solenoide primario y dos bobinas de *pick-up*. El microhilo amorfo se sitúa en el interior del solenoide primario (2074 vueltas bobinadas con hilo de Cu de 0.4 mm entorno a un tubo de Pyrex de 9 mm de diámetro externo y 12 mm de largo) que se excita mediante un generador de funciones que proporciona una corriente rectangular (ya que se desea estudiar la propagación de la pared en presencia de campo constante) de frecuencia variable. Las bobinas detectoras (de 3 mm de longitud y 1000 vueltas bobinadas con hilo de Cu de 0.05 mm entorno a un capilar de Pyrex de 1.1 mm de diámetro externo) se encuentran colocadas simétricamente respecto al centro de la bobina excitadora, conectadas en serie-oposición y separadas una distancia $s=60$ mm. El juego de bobinas se coloca perpendicular al campo magnético terrestre para minimizar su influencia y se encuentra en el interior de un criostato diseñado específicamente (ver Figura 2.9(b)) que permite variar la temperatura entre 80 y 400 K.

La pared magnética que se propaga a lo largo del hilo bajo la acción del campo H generado por el solenoide primario induce un pulso de voltaje cuando atraviesa cada bobina detectora. Se utiliza un osciloscopio digital para visualizar este voltaje, así como para monitorizar una señal proporcional al campo magnético aplicado (ver Figura 2.9(c)). La velocidad de propagación de la pared puede determinarse experimentalmente como:

$$v = s / \Delta t \quad (2.4)$$

donde Δt es el intervalo de tiempo entre los dos pulsos de voltaje inducidos en las bobinas detectoras.

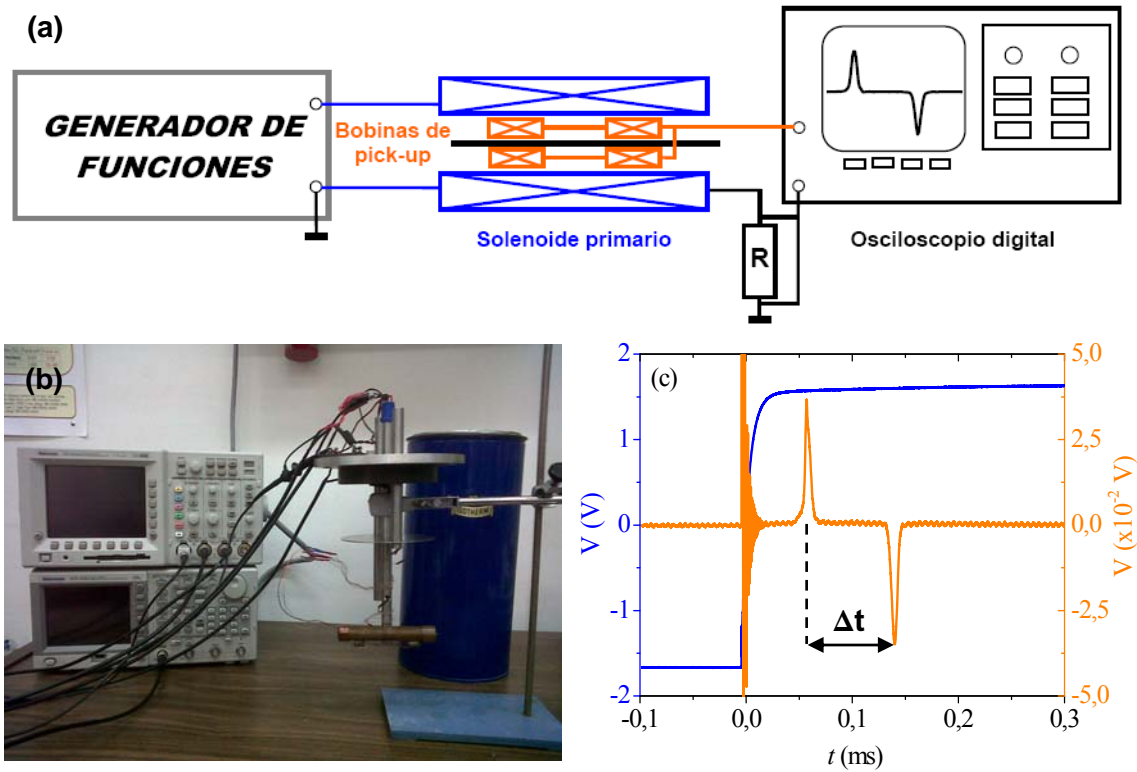


Figura 2.9 Dispositivo experimental para estudiar la propagación de una pared de dominio: (a) Esquema del sistema de medida (la posición de la muestra se señala en negro), (b) imagen del criostato que contiene el sistema de bobinas en los laboratorios del ICMM-CSIC y (c) formas de onda típicas adquiridas en el osciloscopio (el esquema de colores es el mismo que en (a)).

Aquí terminan las técnicas experimentales de caracterización estática o cuasiestática utilizadas. En lo que sigue, se hablará de dispositivos experimentales encaminados a estudiar la respuesta en frecuencia de los microhilos magnéticos considerados en este trabajo: la magnetoimpedancia (MI) y la resonancia ferromagnética (FMR). En este régimen de “alta frecuencia” (determinado por la relación existente entre la longitud de onda asociada a la onda electromagnética y el tamaño del circuito) se trabaja con potencias, pérdidas y desfases en lugar de con tensiones y corrientes. Se deben introducir nuevas magnitudes (impedancia característica, parámetros de dispersión,...) y es necesario interpretar la carta de Smith. Existen excelentes libros de texto [34] y recientes trabajos de tesis en materiales similares [35],[36] que recogen secciones introductorias al respecto, por lo que no se ha considerado necesario incluir un apartado dedicado a la teoría de las líneas de transmisión. Los conceptos necesarios se irán introduciendo a lo largo del desarrollo de la memoria.

Las medidas experimentales en esta región del espectro se han realizado en colaboración con especialistas en el comportamiento de magnético de microondas: El Doctor L. Kraus del Instituto de Física de la Academia de Ciencias de la República Checa en Praga, el Prof. Carl Patton de la Universidad Estatal de Colorado y el Doctor V. Raposo, perteneciente a la Universidad de Salamanca.

2.4.4 Magnetoimpedancia

El análisis de la Magnetoimpedancia (MI) en el rango de frecuencias de 1 MHz a 3 GHz se ha realizado en la Universidad de Salamanca mediante el dispositivo experimental de la Figura 2.10. El campo magnético estático (14.5 kA/m máximo) es proporcionado por unas bobinas de Helmholtz alimentadas por una fuente bipolar Kepco. La medida de la impedancia ($Z=R+iX$) se realiza con un puente LCR Agilent modelo 4287A, utilizando como portamuestras un componente diseñado por Agilent [38] para la caracterización de dispositivos de montaje superficial (SMD). El equipo está automatizado por ordenador mediante interfaz GPIB y un software en Visual Basic.

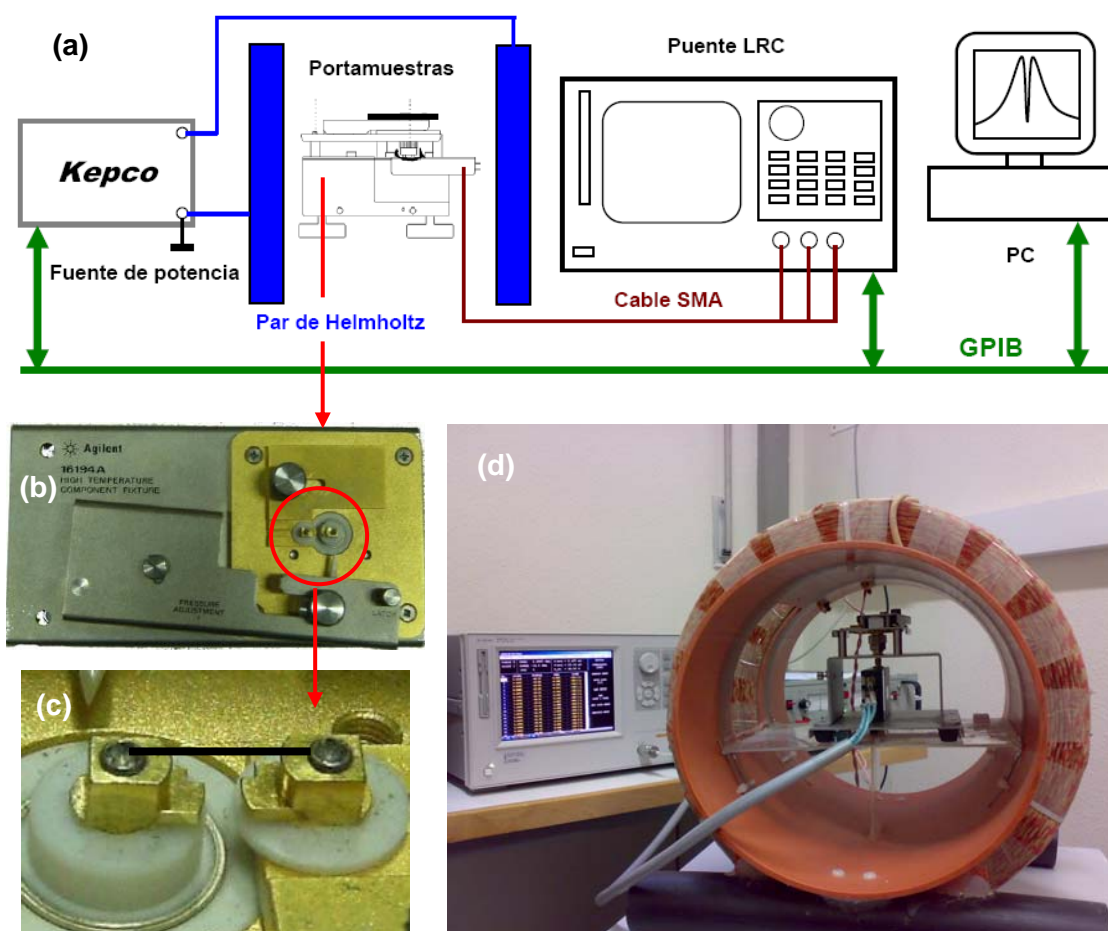


Figura 2.10 Dispositivo experimental de medida de MI (1 MHz-3 GHz) de los laboratorios de la Universidad de Salamanca: (a) Esquema del sistema de medida (la posición de la muestra se señala en negro), (b) y (c) detalles del portamuestras y conexión del hilo, (c) imagen del sistema.

Como se puede ver en la Figura 2.10(c), el contacto eléctrico en el hilo se realiza mediante la presión ejercida por un par de tornillos. Utilizando este método es bastante sencillo establecer contacto eléctrico en hilos con diámetros metálicos de 15 μm o superiores.

El punto clave en este tipo de equipos es trasladar el plano de medida a posiciones “cercanas” a la muestra, de manera que se pueda prescindir de los efectos propagativos en la mayor parte del circuito. Este proceso de calibración, consiste en conectar una serie de cargas al circuito que el puente de impedancias (o el analizador de redes de microondas) utiliza como referencia y se conoce habitualmente por las siglas SOL (*short-open-load*). Al calibrar en el extremo opuesto del cable, el analizador elimina las contribuciones debidas a éste, de manera que solo participan en la impedancia aquellas partes del circuito que se sitúen más allá del nuevo plano de medida: la muestra, el portamuestras y los conectores que lo unen al cable. Para eliminar este último efecto, se ha colocado una resistencia SMD de $50\ \Omega$ en la misma posición que el microhilo y se ha ajustado el valor del desfase eléctrico del puente hasta obtener la respuesta en frecuencia esperada para las partes real e imaginaria de su impedancia (R plana en frecuencia y X linealmente creciente). Mediante la realización de estos dos procesos, es posible extender el funcionamiento del conjunto puente-portamuestras de los 500 MHz dados por el fabricante a prácticamente 3 GHz (la frecuencia máxima generada por el puente). La calibración empleada para la técnica de medida de FMR expuesta en el siguiente apartado será análoga.

2.4.5 Resonancia Ferromagnética

Existen diferentes técnicas de medida de potencia a frecuencia de microondas como son la medida en el espacio libre [39], en guía de onda [40] o cavidad resonante [41] y las medidas en línea de transmisión coaxial [42] o *microstrip* [36],[43]. La medida en el espacio libre requiere generalmente de una cámara anecoica, muestras de dimensiones relativamente grandes (en el caso de microhilos son necesarios gran cantidad de ellos para preparar una superficie mínima de medida) y, además, presenta dificultades a la hora de distinguir entre potencia absorbida y dispersada por la muestra. En esta memoria se analiza siempre el comportamiento de un único microhilo y por ello se van a utilizar los otros dos procedimientos: la medida en guía de onda cortocircuitada (similar a la medida en cavidad resonante) y la medida en línea de transmisión coaxial (que ha sido históricamente la más utilizada en el caso de muestras en forma de hilo). Las guías de onda presentan la ventaja de que la calibración es más sencilla y la interpretación de los resultados es directa, pero su ancho de banda es limitado. Por el contrario, la medida en línea coaxial tiene un ancho de banda más amplio y requiere menor equipamiento (básicamente un analizador de redes de microondas), pero el diseño y calibración del portamuestras son aspectos más delicados. Se comenzará por presentar este último método en el que también se ha realizado desarrollo instrumental, en este caso en estrecha colaboración con el Dr. Víctor Raposo de la Universidad de Salamanca.

2.4.5.a Medida en línea de transmisión coaxial

Las medidas de resonancia ferromagnética (FMR) hasta 12 GHz a campo magnético estático constante se han realizado en el ICMM-CSIC mediante un analizador de redes Agilent E8362B [44] y una línea de transmisión coaxial. El dispositivo se muestra en la Figura 2.11.

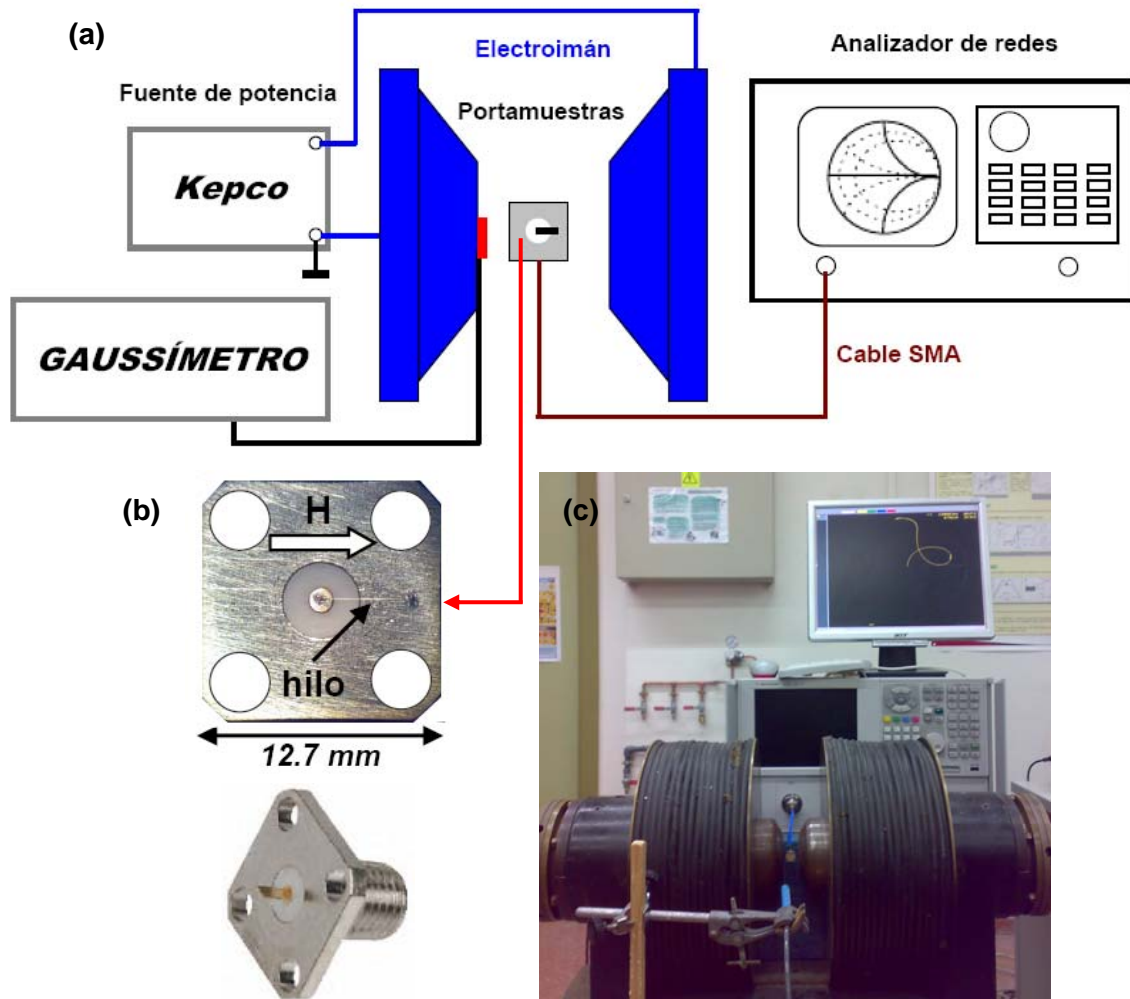


Figura 2.11 Dispositivo experimental de medida de FMR en línea de transmisión coaxial (10 MHz-12 GHz) de los laboratorios del ICMM-CSIC: (a) Esquema del sistema de medida (la posición de la muestra se señala en negro), (b) detalle del portamuestras basado en un conector SMA comercial, (c) imagen del sistema.

El campo magnético estático (0.5 T máximo) es generado por un electroimán y se han usado cables, conectores y adaptadores SMA adecuados para medidas a una frecuencia máxima de 20 GHz. El microhilo se coloca en un portamuestras comercial Radiall R124510000 [45] con el pin central retirado para evitar efectos de radiación (ver Figura 2.11(b)). Un extremo del hilo se conecta al conductor interno y el otro al conductor externo mediante pintura de plata (un esquema similar al de la Figura 2.10(c)). En el caso de microhilos bifásicos el contacto eléctrico

2.4 Caracterización magnética

puede realizarse en el núcleo amorfo o en el recubrimiento magnético externo, tal y como se explicará en el apartado 5.3. La impedancia de la muestra se calcula de acuerdo a la expresión:

$$Z \equiv R + iX = 50 \frac{1 - S_{11}}{1 + S_{11}} \quad (2.5)$$

donde S_{11} es el coeficiente de reflexión complejo medido en el analizador de redes, corregido por el desfase eléctrico del circuito que precede a la muestra. En resonancia la parte real de la impedancia (2.5) es máxima y la parte imaginaria pasa por cero.

Como ya se comentó en el apartado anterior, el punto clave en este tipo de medidas es la calibración del sistema. Para ello se ha utilizado nuevamente un proceso SOL y el valor adecuado del desfase eléctrico (77 ps) se ha determinado sustituyendo el hilo por una resistencia SMD de 50 Ω . La respuesta en frecuencia de esta carga con el desfase eléctrico corregido (77 ps) se muestra en la Figura 2.12. El comportamiento es el esperado hasta unos 12 GHz y por tanto define el límite superior de las medidas realizadas mediante este montaje.

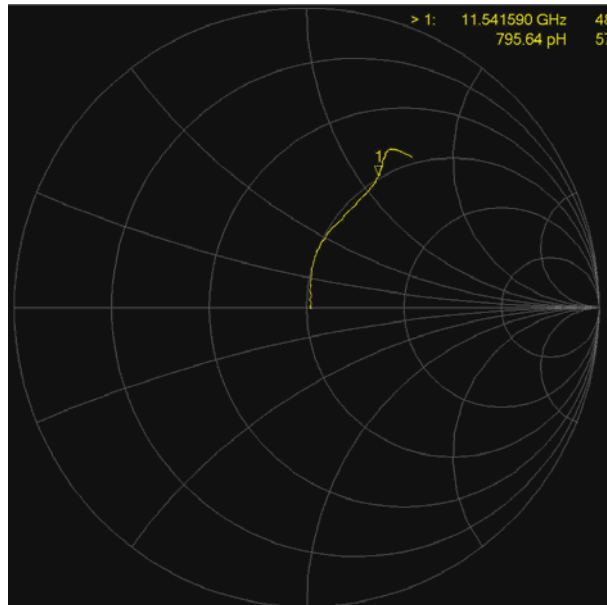


Figura 2.12 Respuesta en frecuencia (diagrama de Smith) de una carga resistiva SMD de 50 Ω colocada en el portamuestras de la Figura 2.11(b) de manera análoga al microhilo. El valor del desfase eléctrico es de 77 ps. La curva comienza a desviarse del comportamiento esperado a partir de una frecuencia aproximada de 12 GHz (señalada por el cursor).

El esquema de medida presentado [46] es fiable hasta 12 GHz (ver apartado 5.3.1) y considerablemente más sencillo y versátil que los empleados hasta ahora, basados en utilizar la muestra magnética (hilo o cinta) como parte de la línea de transmisión [42],[43],[47]. Finalmente decir que, a diferencia de algunos de estos trabajos, no se ha abordado el problema de obtener la impedancia intrínseca de la muestra a partir de las medidas experimentales ya que no es en absoluto el objeto de la presente memoria.

2.4.5.b Medida en guía de onda cortocircuitada

Se trata de la técnica de medida de FMR más tradicional. El esquema es opuesto al caso anterior: se realiza un barrido en campo magnético estático a una frecuencia de microondas fija mediante un espectrómetro de microondas como el de la Figura 2.13(a). Las medidas se han realizado en el laboratorio del Prof. Carl Patton de la Universidad Estatal de Colorado y en el Instituto de Física de la Academia de Ciencias de la República Checa en Praga bajo la supervisión del Dr. L. Kraus y del Prof. Z. Fraité.

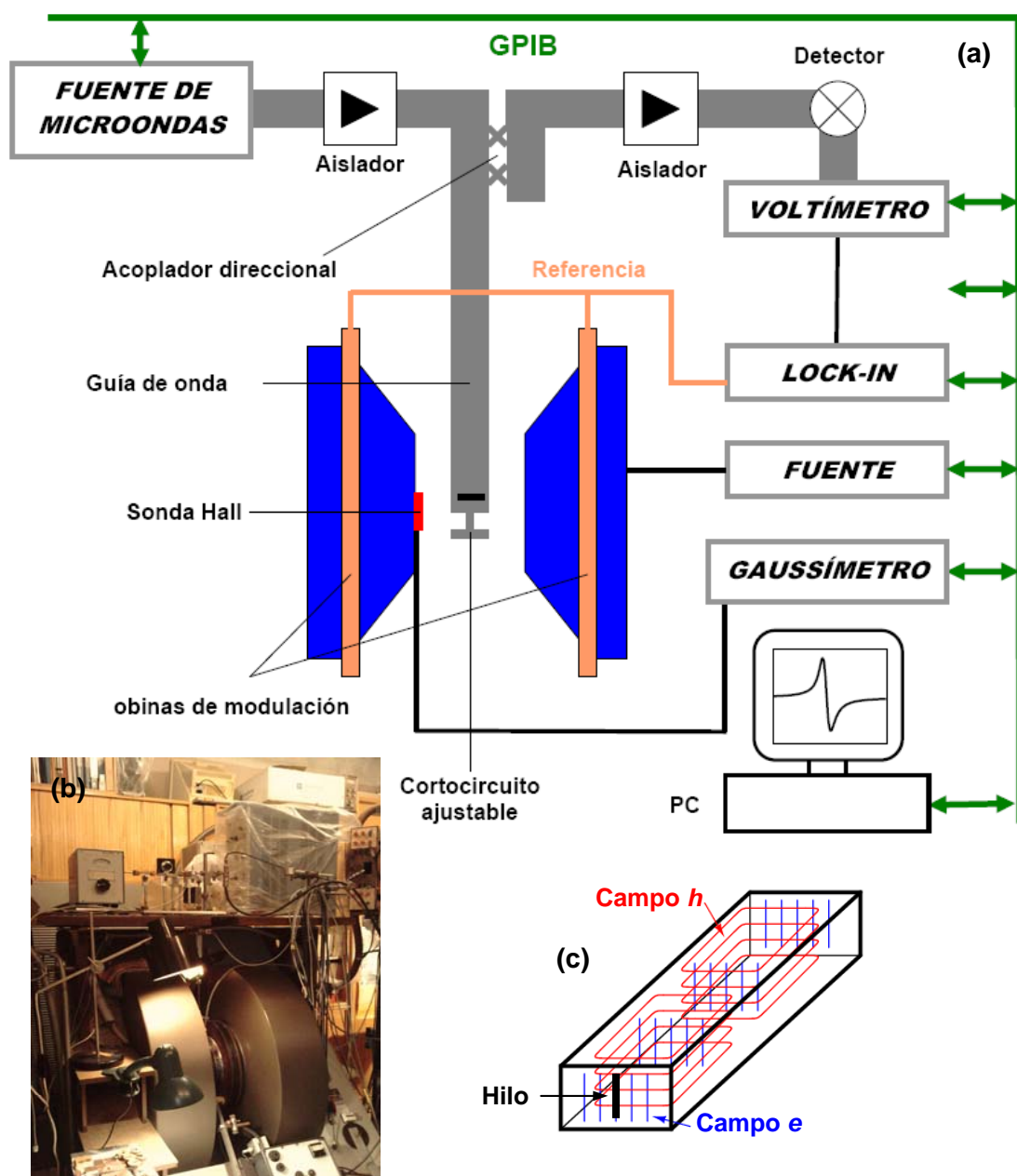


Figura 2.13 Espectrómetro de microondas: (a) Esquema típico del dispositivo (la posición de la muestra se señala en negro), (b) Imagen del sistema en banda V del Instituto de Física de la Academia de Ciencias de la República Checa. (c) Esquema del patrón de onda estacionaria (campo eléctrico e y magnético h de microondas) en una guía de ondas rectangular y posición del hilo (en negro).

La señal de microondas reflejada en la muestra (y en el cortocircuito ajustable situado al final de la guía) se detecta a través de un acoplador direccional mediante un amplificador *lock-in*. Esta técnica permite obtener las derivadas de los perfiles de absorción respecto al campo magnético (curvas dP/dH). La mayoría de las medidas se han realizado en banda V (40-75 GHz) mediante una guía de onda cilíndrica con un diámetro interno de 3.96 mm y un campo magnético de modulación AC a 95 KHz (la señal de referencia para el *lock-in*). El campo magnético estático (3 T máximo) es proporcionado por un electroimán alimentado por una fuente bipolar. El modo propagante en la guía de ondas es TE_{10} y el patrón de onda estacionaria (ver Figura 2.13(c)) se ha modificado desplazando la posición del cortocircuito. De esta forma, se puede variar la simetría (forma) del campo excitador de microondas en la posición de la muestra (i.e. microhilo situado a lo largo de un máximo de campo eléctrico de microondas o en un cero de campo eléctrico de microondas, ver Figura 2.13(c)). Las consecuencias sobre la condición de resonancia serán ampliamente analizadas en el apartado 5.2.

2.5 Conclusiones

En este capítulo se han enumerado las diversas técnicas experimentales empleadas en esta memoria. Es importante resaltar que en buena parte de ellas se ha realizado desarrollo instrumental que resulta novedoso en la aplicación a este tipo de materiales. A tal respecto, cabe destacar el magnetómetro de inducción digital descrito en el apartado 2.4.1.a y la técnica de medida de impedancia a frecuencias de microondas del apartado 2.4.5.a.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “M-H loop tracer based on digital signal processing for low frequency characterization of extremely thin magnetic wires” M. Butta, **G. Infante**, P. Ripka, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Rev. Sci. Instrum.* **80** (2009) 083906.

2.6 Referencias

- [1] A. Hernando, *Nuevos materiales: Los vidrios metálicos*, EUDEMA (1987)
- [2] A. L. Greer, *Science* **267** (1995) 1947-1953
- [3] H. Chiriac, T. A. Ovari, *Prog. Mat. Sci.* **40** (1997) 333-407
- [4] V. S. Larin, A. V. Torkunov, A. Zhukov, J. González, M. Vázquez, L. Panina, *J. Magn. Magn. Mater.* **249** (2002) 39-45
- [5] Horno de arco compacto Edmun-Bühler MAM-1: <http://www.edmund-buehler.de/english/i-lichtbogen-schmelzgeraete.pml>
- [6] A. V. Ulitovsky, I. M. Maiani, A. I. Avramenco, *Method of continuous casting of glass coated microwire*, USSR Patent nº 128427 (1960)
- [7] Metalizador Quorum Technologies SC7620: <http://www.quorumtech.com/products/sputter-coaters-sem-carbon-coaters/sc7620-mini-sputter-coater.html>
- [8] M. Paunovic, M. Schlesinger; *Fundamentals of Electrochemical Deposition*, Wiley (1998)
- [9] M. Schlesinger, M. Paunovic; *Modern Electroplating*, Wiley (2000)
- [10] Potenciostato/galvanostato AMEL Instruments 2053: <http://www.amelchem.com/product/electrochem/line2000/2053/2053.html>
- [11] J. Torrejón, “*Estudio del acoplamiento magnetoelástico y magnetoestático en microsistemas multicapas bifásicos*”. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid (2008)
- [12] X. P. Li, Z. J. Zhao, H. L. Seet, W. M. Heng, T.B. Oh, J. Y. Lee, *J. Appl. Phys.* **94** (2003) 6655-6658
- [13] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, D. C. Joy, C. E. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, J. R. Michael, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Plenum Press (1992)
- [14] Laboratorio de microscopía FE-SEM del ICMM-CSIC: <http://www.icmm.csic.es/tecnicas/meb.htm>
- [15] SIDI-UAM: <http://www.uam.es/investigacion/servicios/sidi/actividades.html>
- [16] H.J. Oguey, *Induction Curve Tracers, en Magnetism and Metallurgy*, Academic Press (1969) 221-230
- [17] J. L. Horn, C. A. Grimes, *Rev. Sci. Instrum.* **68** (1997) 1346-1347
- [18] V. Franco, J. Ramos-Martos, A. Conde, *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996) 4167-4170
- [19] J. A. García, M. Rivas, *IEEE Trans. Mag.* **42** (2006) 15-17
- [20] T. Kulik, H. T. Savage and A. Hernando, *J. Appl. Phys.* **73** (1993) 6855-5857
- [21] L. Kraus, O. Chayka, *Journal of ELECTRICAL ENGINEERING* **57** (2006) 73-76
- [22] S. B. Slade, G. Kassabian, A. E. Berkowitz, *Rev. Sci. Instrum.* **67** (1996) 2871-2876
- [23] G. Asti, M. Ghidini, M. Solzi, *J. Magn. Magn. Mater.* **242-245** (2002) 973-975
- [24] E. Carminati, A. Ferrero, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **41** (1992) 1005-1009
- [25] M. Soto, A. Martínez-de-Guerenu, K. Gurruchaga, F. Arizti, *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **58** (2009) 1746-1754
- [26] DAQ National Instruments NI USB-6211: <http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/en/nid/203224>
- [27] M. Butta, J. Urdahl, *Device for precise measurement of magnetic microwire BH loop at low frequency*, MEASUREMENT 2009, 7th International Conference on Measurement
- [28] S. Foner, *Rev. Sci. Instrum.* **30** (1959) 548-557
- [29] VSM LOT-Oriel EV7: <http://www.lot-oriel.com/ib/es/home/vsm/>
- [30] K. J. Sixtus, L. Tonks, *Phys. Rev.* **37** (1931) 930-958
- [31] K. J. Sixtus, L. Tonks, *Phys. Rev.* **42** (1932) 419-435
- [32] J. Hudak, J. Blazek, A. Cverha, P. Gonda, R. Varga, *Sens. Actuators A* **156** (2009) 292-295
- [33] A. Chizhik, R. Varga, A. Zhukov, J. González, J. M. Blanco, *J. Appl. Phys.* **103** (2008) 07E707
- [34] D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, Wiley (1998) 56
- [35] H. García-Miquel, “*Caracterización de las propiedades magnéticas de vidrios metálicos en forma de microhilos, de composición $(Fe_xCo_{100-x})_{72.5}Si_{12.5}B_{15}$* ”, Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Valencia
- [36] D. de Cos, “*Magnetoimpedancia en muestras planas a altas frecuencias*”, Tesis Doctoral, Universidad del País Vasco (2006).
- [37] Puente LCR Agilent 4287A: <http://www.home.agilent.com/agilent/product.jsp?cc=US&lc=eng&nid=-536902441.536880953>
- [38] Componente Agilent 16194A: <http://www.home.agilent.com/agilent/product.jsp?pn=16194A>
- [39] D. K. Ghodgaonkar, V. V. Varadan, V. K. Varadan; *IEEE Trans. Instrum. Meas.* **39** (1990) 387-394
- [40] S. Lefrançois, D. Pasquet, G. Mazé-Merceur ; *IEEE Trans. Microwave Th. and Tech.* **44** (1996) 1557-1562
- [41] A. N. Medina, M. Knobel, S. Salem-Sugui, F. G. Gandra; *J. Appl. Phys.* **79** (1996) 5462-5464

- [42] D. Menárd, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon, V. P. Paramonov, A. S. Antonov, P. Rudkowsky, J. O. Ström-Olsen, *J. Appl. Phys.* **81** (1997) 4032-4034
- [43] D. de Cos, A. García-Arribas, J. M. Barandiarán, *Sens. Actuators A.* **115** (2004) 358-375
- [44] Analizador de redes Agilent E8362B: <http://www.home.agilent.com/agilent/product.jsp?nid=-536902643.536882571.00&lc=eng&cc=US>
- [45] Conector SMA Radiall R124510000:
<http://radiall.applixia.net/catalogue/object.do?action=datasheet&object=2660474>
- [46] V. Raposo, G. Infante, M. Zazo, J. Íñiguez, *Measuring magnetoimpedance in multilayer amorphous microwires*, Magnetic Measurements 2010, MP19
- [47] J. Torrejón, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 023913

3. EL PROCESO DE IMANACIÓN ESTÁTICO

3.1. Introducción

3.2. Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

3.2.1. Microhilos ricos en Fe. Hilos submicrométricos

3.2.2. Microhilos blando/duro Fe/CoNi

3.2.3. Microhilos blando/blando Fe/FeNi

3.3. Microhilos blando/blando CoFe/FeNi

3.4. Conclusiones

3.5. Referencias

3.1 Introducción

La caracterización estática debe ser el punto de partida de todo estudio de un material magnético ya que constituye una gran ayuda para la interpretación de su proceso de imanación y de su distribución de anisotropías. A ello se dedica este primer capítulo de resultados dónde se presentan las diferentes familias de microhilos magnéticos estudiadas a lo largo de esta tesis (a excepción de los microhilos Cu/FeNi que se tratan exclusivamente en el Capítulo 6).

La mayoría del texto está dedicado a los microhilos ricos en Fe altamente magnetostrictivos ($\lambda_s \approx 10^{-5}$) en sus variantes mono y bifásicas por motivos bien claros: (i) la forma elemental del ciclo de histéresis en el caso monofásico [1] (*switching* de la imanación mediante un único salto Barkhausen gigante (*Large Barkhausen Jump*, LBJ)) es quizás la característica más reseñable de estos hilos, fue importante en la génesis de la teoría de dominios [2] y tiene interés actual en el campo de los sensores [3] y en el estudio de la propagación de una pared de dominio [4]. Además, (ii) la presencia de un recubrimiento magnético en el caso bifásico permite estudiar la interacción dipolar en un único microhilo que además tiene una geometría cilíndrica muy favorable (un sistema más sencillo y mejor definido que otros típicos para el estudio de este tipo de acoplamiento como son un conjunto de hilos biestables [5]-[7] o una matriz amorfa blanda con nanocristales duros embebidos [8],[9]). El último apartado se dedica a una familia de microhilos bifásicos en los que los acoplamientos dipolar y magnetoelástico son débiles, pero que será muy útil para aclarar el comportamiento de resonancia ferromagnética en estos sistemas multicapa.

Para cada familia de microhilos se presenta en primer lugar la caracterización morfológica y a continuación se analiza su proceso de imanación estático (fundamentalmente ciclos de histéresis y en algún caso también magnetoresistencia). La caracterización químico/estructural se ha realizado en el laboratorio de microscopía FE-SEM del ICMM-CSIC [10] y en el SIDI de la UAM [11] mediante microscopía electrónica de barrido (SEM-EDX) y difracción de rayos X [12]. También se ha utilizado un microscopio óptico para una caracterización preliminar. A la hora de analizar la composición estequiométrica obtenida mediante SEM-EDX se debe tener en cuenta que esta técnica superficial no puede detectar elementos ligeros como el B (casi siempre presente en este tipo de aleaciones amorfas). Los ciclos de histéresis se han medido combinando un VSM y el magnetómetro de inducción construido específicamente para este tipo de muestras. La caracterización magnética en este último equipo sirve también para determinar de manera rápida y fiable las dimensiones del núcleo metálico de las muestras analizadas (tal y como se explica en el apartado 2.4.1.a).

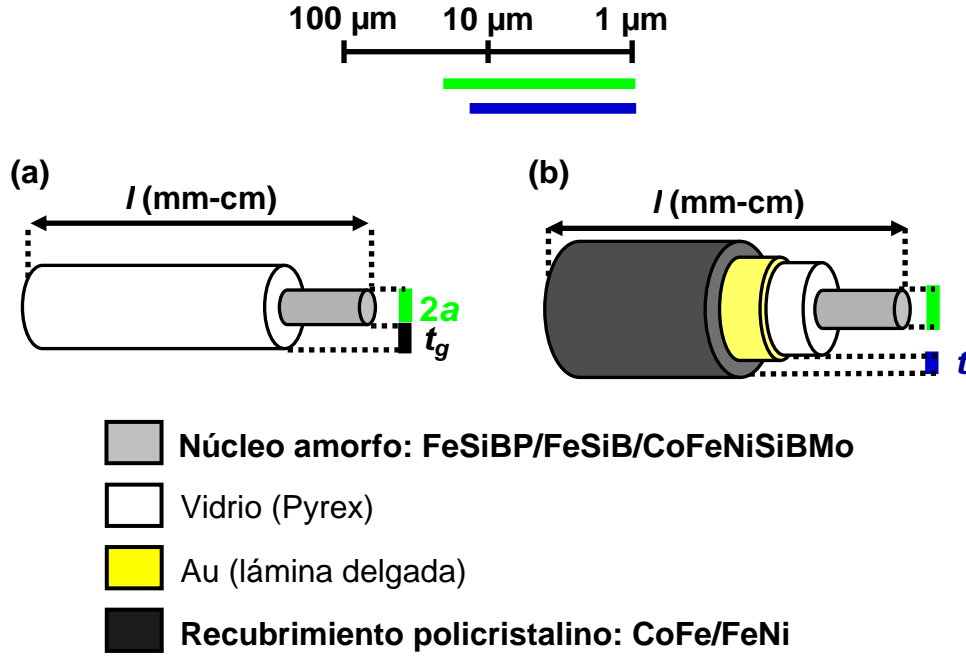


Figura 3.1 Esquema de los microhilos magnéticos mono (a) y bifásicos (b) estudiados en esta tesis. a es el radio del núcleo amorfo, t_g el espesor de la capa de vidrio, t el espesor del recubrimiento magnético y l la longitud. Las muestras tienen sección transversal micrométrica y elevada relación de aspecto ($l \gg a, t$)

Los microhilos mono y bifásicos estudiados en este trabajo son los siguientes y se muestran esquemáticamente en la Figura 3.1:

-Microhilos monofásicos FeSiBP: núcleo amorfo con composición (en % atómico) $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ [13] y radio a , rodeado de una capa de vidrio de espesor t_g : ($a=13.5 \mu\text{m}$, $t_g=11 \mu\text{m}$), ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$), ($a=0.75 \mu\text{m}$, $t_g=13 \mu\text{m}$).

-Microhilos bifásicos Fe/CoNi: núcleo amorfo de $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$ ($a=5 \mu\text{m}$, $t_g=8 \mu\text{m}$) y un recubrimiento externo policristalino de $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$ de espesor t comprendido entre 0-12 μm .

-Microhilos bifásicos Fe/FeNi: núcleo amorfo de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$) y un recubrimiento externo policristalino de $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ($t=0-7.5 \mu\text{m}$)

-Microhilos bifásicos CoFe/FeNi: núcleo amorfo de $\text{Co}_{67.06}\text{Fe}_{3.87}\text{Ni}_{1.44}\text{Si}_{14.47}\text{B}_{11.53}\text{Mo}_{1.66}$ ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=2.5 \mu\text{m}$) ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=8 \mu\text{m}$) ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=14 \mu\text{m}$) y un recubrimiento externo policristalino de $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ ($t=0-6 \mu\text{m}$)

En primer lugar se van a tratar los microhilos con núcleo magnético biestable rico en Fe donde los aspectos más interesantes serán, por un lado, el comportamiento de los hilos monofásicos con radio metálico próximo a la micra ($a=0.75 \mu\text{m}$, $t_g=13 \mu\text{m}$), ya que estas muestras submicrométricas abren el camino a la producción de un nanohilo mediante una técnica tan sencilla como la solidificación rápida y estiramiento. Y, por otro lado, el control del campo de inversión o de *switching* del núcleo de los hilos bifásicos con recubrimiento blando (Fe/FeNi) vía interacción dipolar.

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

3.2.1 Microhilos ricos en Fe. Hilos submicrométricos

Las Figuras 3.2(a) y (b) muestran imágenes SEM de los microhilos monofásicos de FeSiBP con radio metálico más pequeño ($a=0.75\text{ }\mu\text{m}$) que se han logrado producir en los laboratorios de solidificación rápida del ICM-CONIC. La composición estequiométrica del núcleo amorfo se presenta en la Figura 3.2(c).

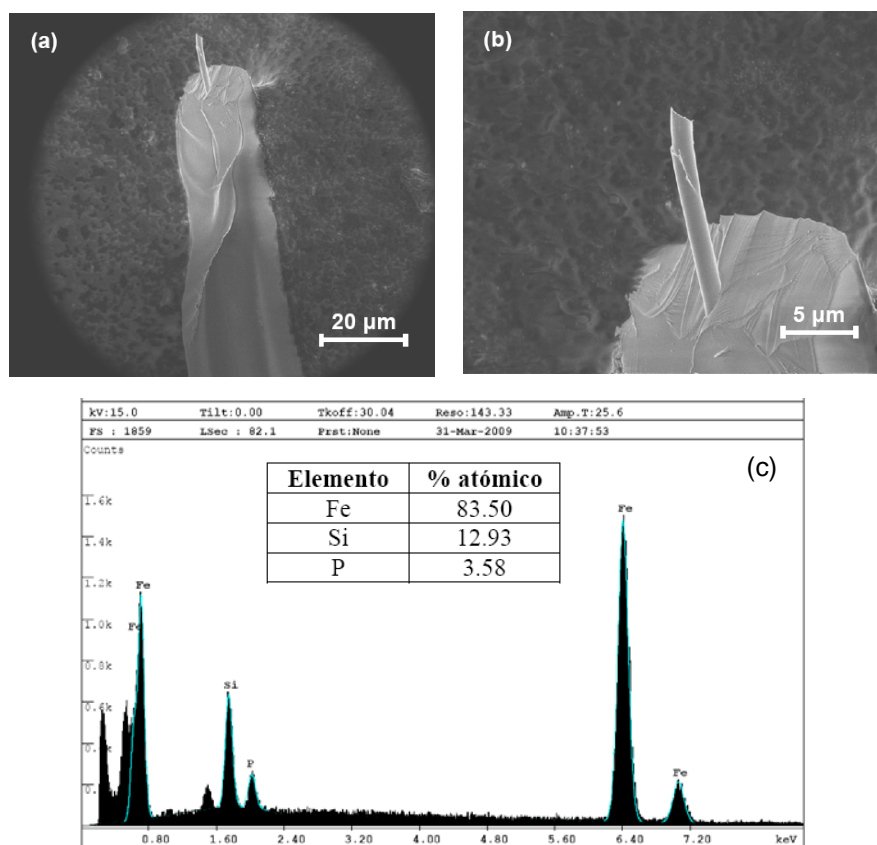


Figura 3.2 (a) y (b) Imágenes SEM de un microhilo de FeSiBP submicrométrico ($a=0.75\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=13\text{ }\mu\text{m}$). (c) Microanálisis superficial del núcleo metálico.

Se trata, junto con los hilos de $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ de $0.4\text{ }\mu\text{m}$ de radio recientemente reportados por el Prof. Chiriac [14], de las muestras con sección transversal más pequeña producidas mediante solidificación rápida y estiramiento hasta la fecha y constituyen una nueva familia de hilos amorfos que podrían llamarse submicrométricos. En ambos casos, el espesor del recubrimiento de Pyrex es muchísimo mayor que el diámetro del núcleo metálico (8.8 veces para el hilo de FeSiBP de la Figura 3.2(a) y 7.5 veces en las muestras de Chiriac, ver Figura 3.4), lo que parece ser una característica intrínseca de este tipo de muestras. La preparación y el estudio de las propiedades magnéticas de estos hilos de diámetro metálico reducido constituyen

un reto importante ya que, entre otras cosas, abren el camino para la obtención de un nanohilo mediante una técnica de fabricación muy barata y sencilla.

La Figura 3.3 muestra el ciclo de histéresis axial a bajo campo del hilo submicrométrico de FeSiBP de la Figura 3.2 junto con los ciclos de las otras dos muestras de diámetro “estándar” estudiadas a lo largo de esta tesis (ver Capítulos 4 y 5). El hilo de $0.75\ \mu\text{m}$ de radio (Figura (a)) mantiene la biestabilidad magnética (LBJ) característica de esta composición y tiene un campo de *switching* $H_{sw}=1490\ \text{A/m}$ elevado en relación con hilos de mayor radio (Figuras (b) y (c)). Este valor tan alto no sorprende teniendo en cuenta que las tensiones inducidas por una capa de vidrio tan gruesa pueden aumentar bastante H_{sw} [15]. Por lo demás, y de acuerdo a lo esperado [15], H_{sw} disminuye a medida que aumenta el radio metálico y disminuye el espesor de vidrio ((a)→(c)).

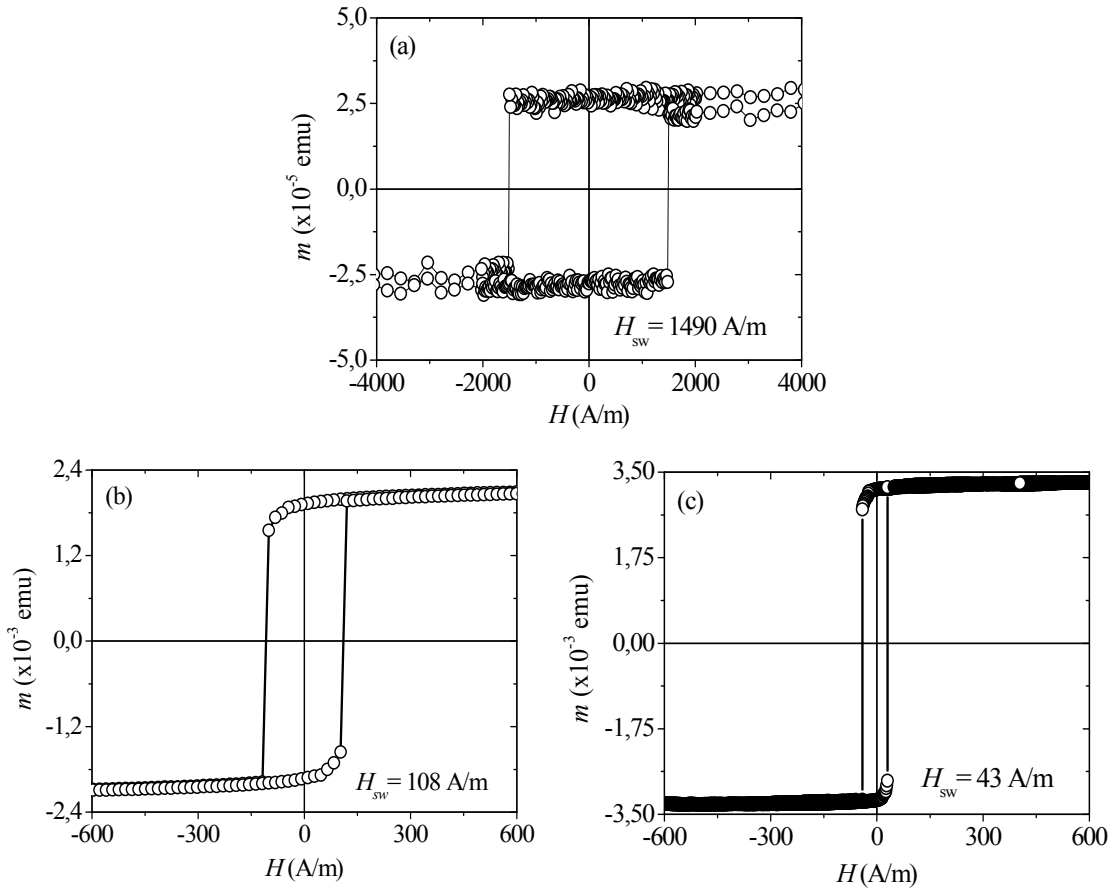


Figura 3.3 Ciclos de histéresis axiales a bajo campo de los microhilos de FeSiBP considerados en esta tesis: (a) ($a=0.75\ \mu\text{m}$, $t_g=13\ \mu\text{m}$), (b) ($a=7\ \mu\text{m}$, $t_g=12\ \mu\text{m}$), (c) ($a=13.5\ \mu\text{m}$, $t_g=11\ \mu\text{m}$). $l=9\text{mm}$.

El comportamiento magnético del hilo submicrométrico no magnetostrictivo de CoFeSiBP de Chiriac es similar (ver Figura 3.4(a)): su ciclo de histéresis axial a bajo campo es rectangular. Es un resultado sorprendente en este caso (microhilos con la misma composición y diámetros mayores presentan ciclos de histéresis anhisteréticos), que ha llevado a los autores a

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

afirmar que para hilos de estas dimensiones la anisotropía de forma prevalece sobre la magnetoelástica [14]. Los ciclos de histéresis a alto campo pueden proporcionar más información a tal respecto. Se muestran en la Figura 3.5 para el hilo submicrométrico de FeSiBP, comparados con los de un microhilo de tamaño estándar ($a=7\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=12\text{ }\mu\text{m}$). Lo primero que llama la atención de los ciclos axiales (Figura 3.5(a)) es la fuerte reducción del cociente remanencia/saturación M_r/M_s en el hilo de $0.75\text{ }\mu\text{m}$ de radio: 0.31 frente a 0.86. Teniendo en cuenta que [15]:

$$\frac{M_r}{M_s} = \left(\frac{a_m}{a} \right)^2 \quad (3.1)$$

donde a_m es el radio del monodominio axial presente en estos hilos, esto implica que en el hilo submicrométrico el radio del núcleo con eje fácil axial se ha reducido prácticamente a la mitad del radio total del hilo (mientras que en el hilo de diámetro estándar supone el 93% del radio total). Es un resultado que nuevamente puede entenderse en términos de las tensiones inducidas por una capa de vidrio tan gruesa [15].

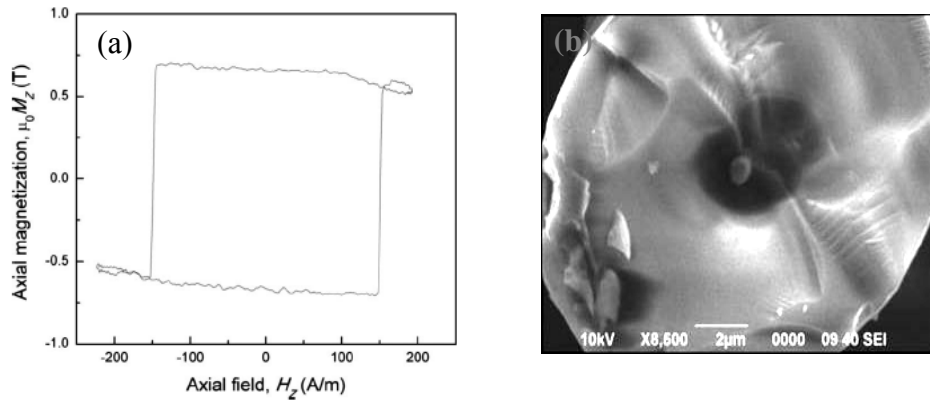


Figura 3.4 Hilo submicrométrico de $\text{Co}_{68.15}\text{Fe}_{4.35}\text{Si}_{12.5}\text{B}_{15}$ ($a=0.4\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=6\text{ }\mu\text{m}$) (a) Ciclo de histéresis axial a bajo campo (Fuente: [14]). (b) Imagen SEM de un corte transversal (Fuente [16]).

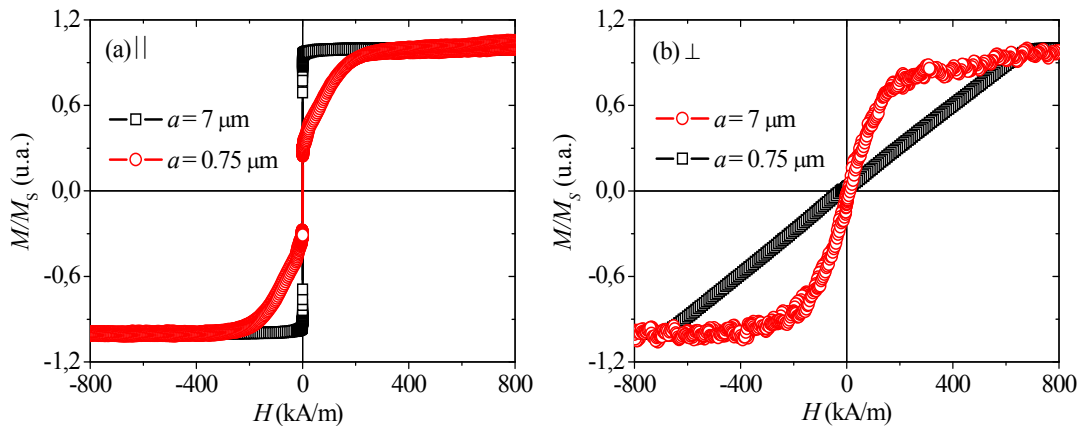


Figura 3.5 Ciclos de histéresis a alto campo de un microhilo de FeSiBP submicrométrico ($a=0.75\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=13\text{ }\mu\text{m}$, \circ) y de un microhilo con radio metálico estándar ($a=7\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=12\text{ }\mu\text{m}$, \square). (a) campo H axial (b) campo H perpendicular al eje del hilo. $l=9\text{ mm}$.

Sin embargo, en la Figura 3.5 hay una serie de hechos que sí son más sorprendentes: el microhilo de $0.75 \mu\text{m}$ de radio tiene una aproximación a saturación reversible en dirección axial bastante más suave que el hilo de diámetro estándar y requiere un campo magnético mucho mas intenso para saturarlo (unos 250 kA/m , ver Figura 3.5(a)). En el caso de orientación perpendicular (Figura 3.5(b)) existen también diferencias significativas entre ambas muestras: el hilo de $0.75 \mu\text{m}$ de radio no presenta un eje duro tan claro en esa dirección. El hecho de que, independientemente de la orientación del campo H , exista una región magnética que satura alrededor de 250 A/m parece indicar que en este hilo submicrométrico el reducido núcleo monodominio axial está rodeado por una región con imanación que no es radial como sí ocurre en muestras de mayor diámetro [15]. Los resultados anteriores apuntan a que el efecto de las tensiones sigue siendo muy importante en los microhilos amorfos submicrométricos independientemente de su composición (evidentemente el acoplamiento magnetoelástico va a ser más acusado en un hilo de Fe), sobre todo teniendo en cuenta el espesor de Pyrex tan apreciable que todas estas muestras parecen tener. Lo que probablemente suceda es que la distribución de tensiones sea diferente a la calculada en un microhilo de diámetro estándar [15] y esto origine modificaciones en la estructura de dominios, tal y como sugiere la Figura 3.5.

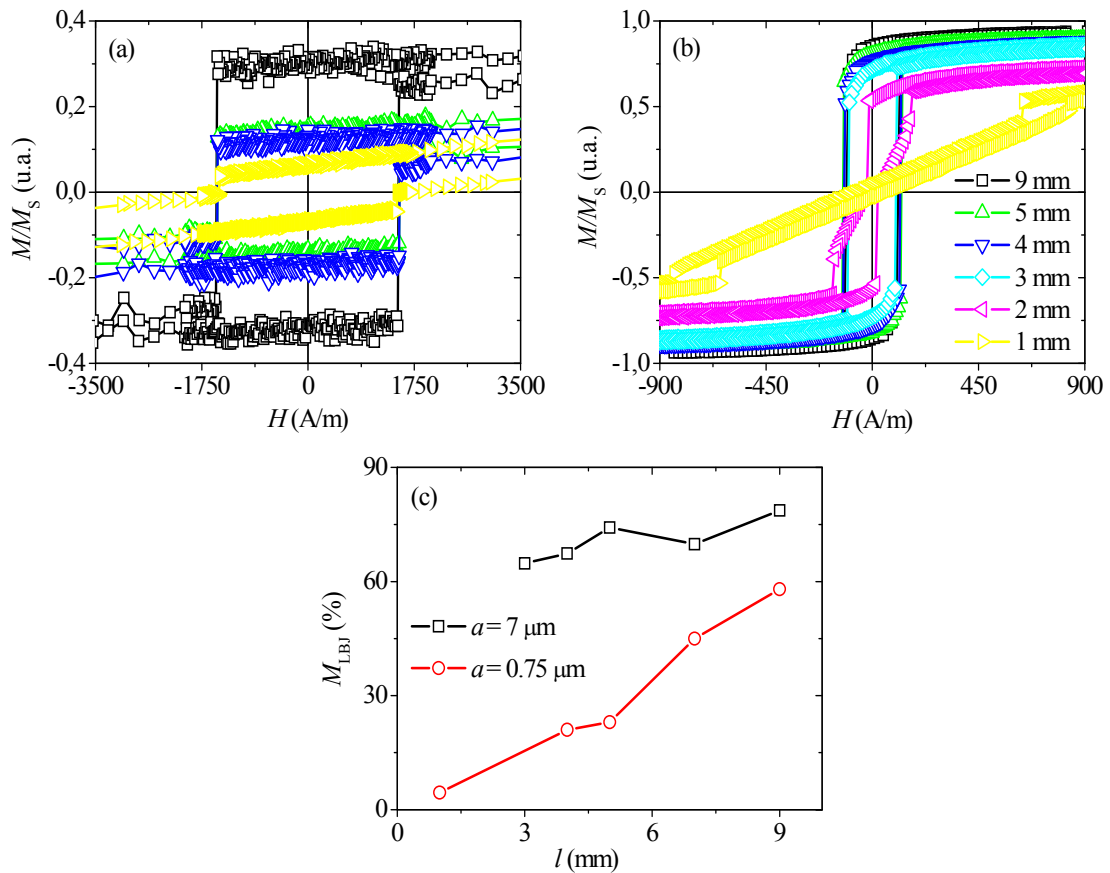


Figura 3.6 Ciclos de histéresis axiales en función de la longitud l para (a) un microhilo de FeSiBP submicrométrico ($a=0.75 \mu\text{m}$, $t_g=13 \mu\text{m}$) y (b) para un microhilo con radio metálico estándar ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$). (c) Porcentaje de la imanación total debida al salto *Barkhausen* gigante (LBJ).

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

Por último, se ha analizado el comportamiento de estos hilos con la longitud. Los resultados se muestran en la Figura 3.6. Mientras que el hilo submicrométrico mantiene la biestabilidad incluso para longitudes de 1 mm (Figura 3.6(a)), el microhilo de diámetro estándar (Figura 3.6(b)) la pierde para $l=3$ mm, momento en que las estructuras magnéticas de cierre de sus extremos colapsan de manera que ya no es posible un estado monodominio [17],[18]. En ambos casos el porcentaje de la imanación debido al LBJ disminuye progresivamente con la longitud del hilo (Figura 3.6(c)), mientras que el campo de *switching* permanece prácticamente constante.

Una vez presentado el caso monofásico, se va a proceder a analizar cómo se modifica la biestabilidad magnética de estos microhilos en el caso bifásico debido a la interacción dipolar. Teniendo en cuenta que la inmensa mayoría del trabajo se ha realizado en sistemas blando/duro (cintas [12],[19], hilos [12],[19]-[22] y otros medios [8],[9] en los que la interacción magnetoestática desplaza horizontalmente los ciclos de histéresis), el apartado más interesante (y más extenso) será el 3.3.3 en el que se estudia cómo la interacción dipolar en un microhilo blando/blando de Fe/FeNi logra controlar de manera precisa el *switching* del núcleo de Fe.

3.2.2 Microhilos blando/duro Fe/CoNi

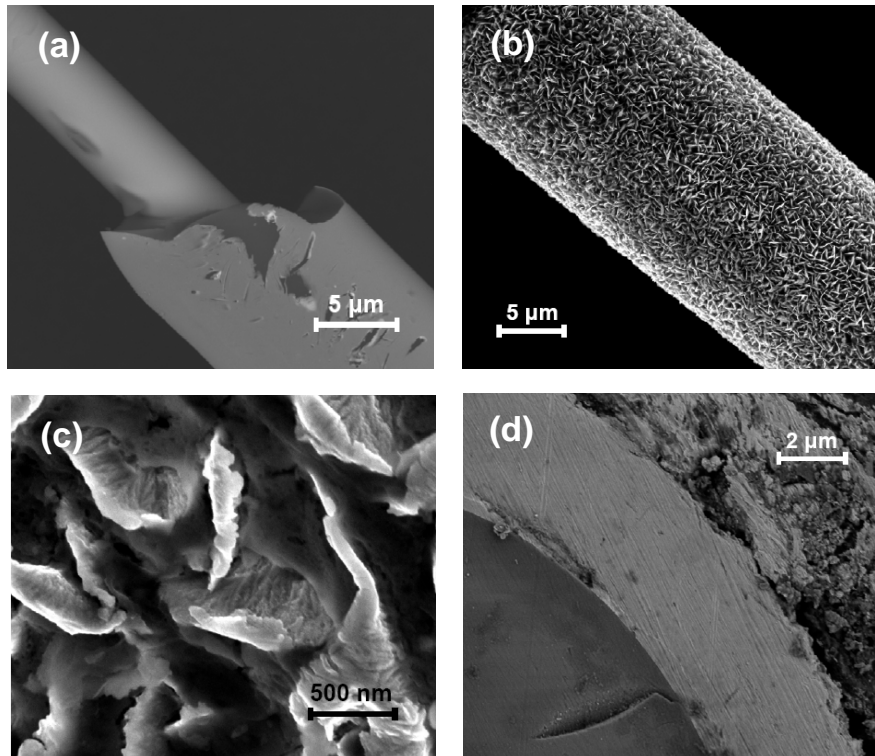


Figura 3.7 Imágenes SEM de un microhilo bifásico FeSiB/CoNi. ($a=5$ μm, $t_g=8$ μm, $t=4$ μm). (a) núcleo de FeSiB y capa aislante de vidrio recubierta de una lámina delgada de Au, (b) recubrimiento magnético externo de CoNi, (c) rugosidad superficial en el CoNi (d) detalle de un corte transversal mostrando la capa aislante de vidrio y el recubrimiento de CoNi.

La Figura 3.7 muestra imágenes SEM de un microhilo bifásico de Fe/CoNi con una capa de CoNi de $t=4\text{ }\mu\text{m}$. Estos recubrimientos presentan cierta rugosidad superficial (escamas de alrededor de 250 nm de altura, ver Figuras 3.7(b) y (c)) y espesores bastante homogéneos (Figura 3.7(d)). El CoNi se ha electrodepositado utilizando el baño electrolítico descrito en el apartado 2.2.2 con una densidad de corriente constante ($j=12\text{ mA/cm}^2$) y para un rango de tiempos entre 0 y 90 min., que equivalen a espesores t entre 0 y 12 μm . En estas condiciones la composición esperada es $\text{Co}_{90}\text{Ni}_{10}$ [12],[23], tal y como muestra la Figura 3.8(b).

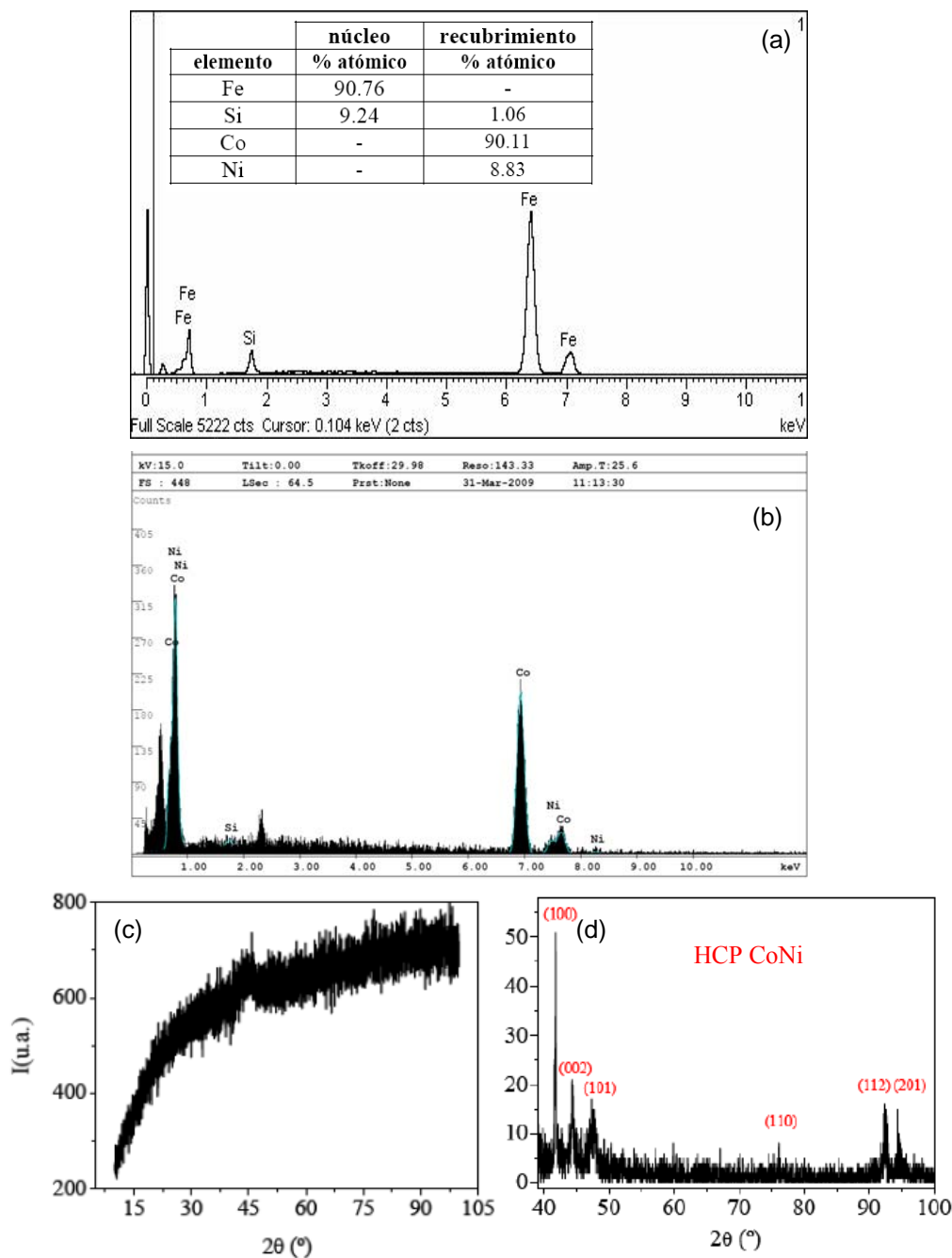


Figura 3.8 Microanálisis superficial de un microhilo bifásico Fe/CoNi: (a) núcleo de FeSiB, (b) recubrimiento de CoNi. (c) espectro de rayos X del núcleo de FeSiB (Fuente: [12]) y (d) del recubrimiento de CoNi (Fuente: [24]).

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

El espectro de rayos X del núcleo de FeSiB (Figura 3.8(c)) es el típico de una aleación amorfa: ausencia total de picos de absorción y un halo amorfo entorno a 45° . Cabe recordar que los ritmos de enfriamiento tan rápidos alcanzados durante la fabricación (10^6 K/s), así como la presencia de elementos amorfizantes en las aleaciones (Si,B,P,...) garantizan en principio este tipo de estructura. Por otro lado, el análisis del recubrimiento de CoNi (Figura 3.8(d)) revela una estructura hexagonal compacta (HCP) [24].

Antes de pasar a la caracterización magnética estática de estos hilos conviene señalar que en este apartado no se pretende analizar en detalle la interacción dipolar en este sistema blando/duro (que por otro lado se ha estudiado ya ampliamente en [12],[19] y [22]), sino tan solo mostrar como influye este acoplamiento así como las tensiones inducidas por la capa de externa de CoNi en la biestabilidad magnética del núcleo amorfo de Fe. Los resultados servirán de comparación con el comportamiento de los hilos Fe/FeNi, en los que sí se realizará un análisis pormenorizado del acoplamiento dipolar al tratarse de un sistema bifásico más novedoso.

La Figura 3.9 muestra los ciclos de histéresis axiales a alto campo de un microhilo Fe/CoNi para dos espesores t diferentes de la capa externa de CoNi. Como en todo sistema bifásico, son visibles dos saltos de la imanación bien diferenciados: el que tiene lugar a bajo campo ($H \approx 0$) corresponde a la inversión de la imanación del núcleo amorfo de Fe (ver esquema de la Figura 3.9(a)), mientras que el cambio suave a campos más elevados (decenas de kA/m) pertenece a la inversión del recubrimiento duro de CoNi. Llama la atención que el salto tan brusco asociado al núcleo de Fe (LBJ en la Figura (a)) se convierta en un proceso más gradual a medida que aumenta el espesor t del recubrimiento (ver Figura (b)). La biestabilidad magnética del núcleo de Fe se ve por tanto claramente afectada por la presencia del recubrimiento magnético externo.

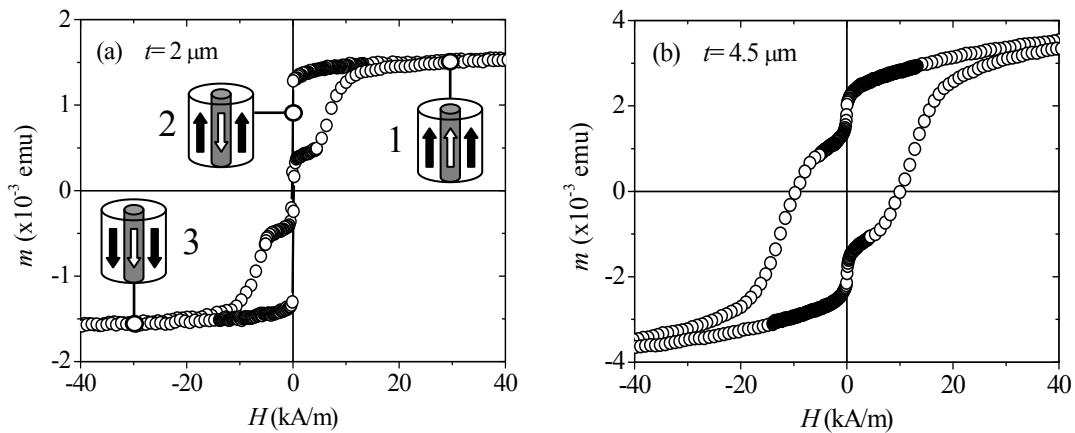


Figura 3.9 Ciclos de histéresis axiales a alto campo de un microhilo bifásico Fe/CoNi para dos espesores t del recubrimiento duro de CoNi: (a) $t=2 \mu\text{m}$, (a) $t=4.5 \mu\text{m}$. En (a) se indica esquemáticamente el orden en el que invierten las fases magnéticas. ($a=5 \mu\text{m}$, $t_g=8 \mu\text{m}$, $l=6 \text{ mm}$).

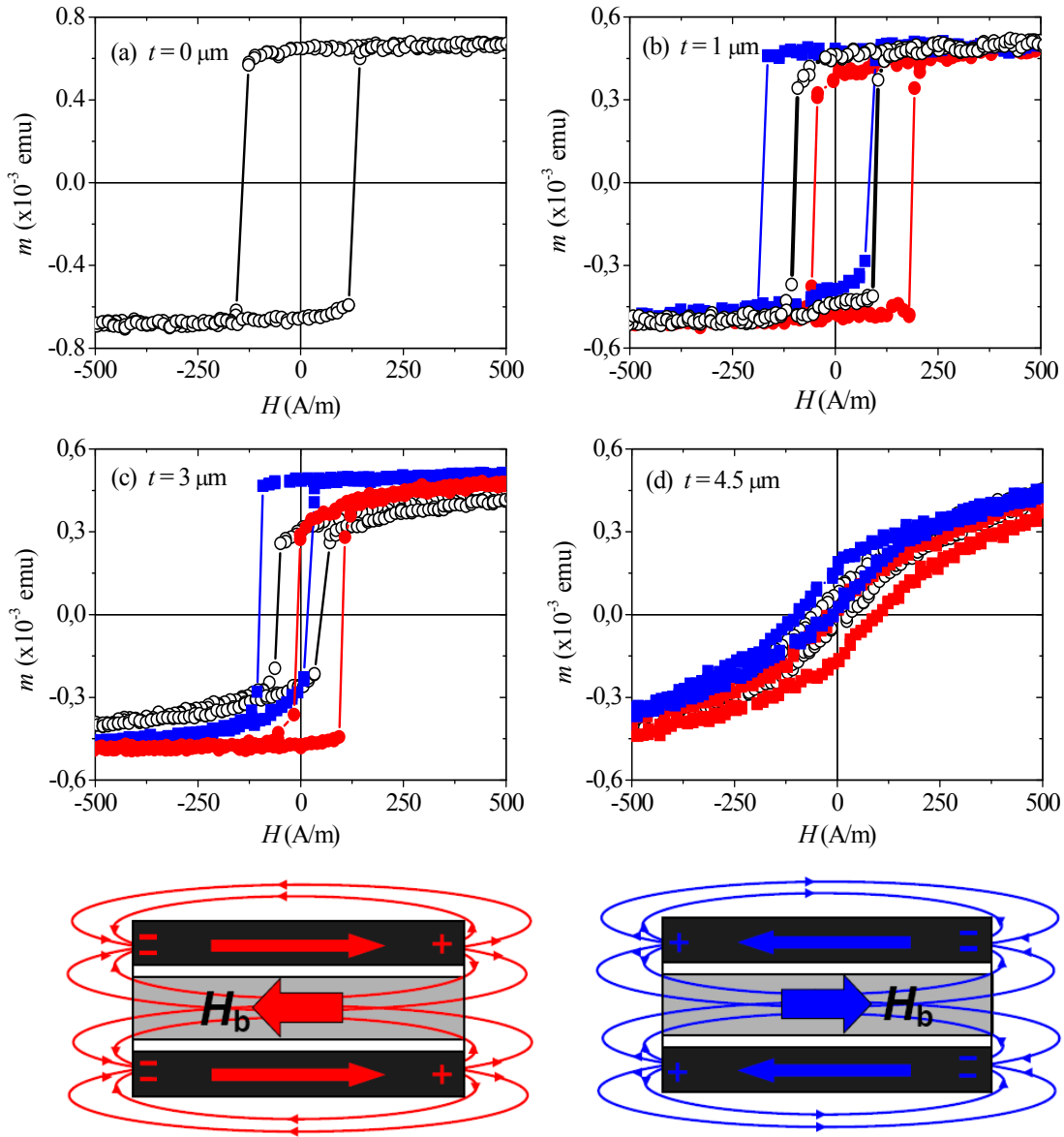


Figura 3.10 Ciclos de histéresis axiales a bajo campo de un microhilo bifásico de Fe/CoNi para varios espesores t del recubrimiento de CoNi en función del estado magnético de este último. (rojo: preimanado positivamente ($H_p=+80$ kA/m), azul: preimanado negativamente ($H_p=-80$ kA/m), negro: desimanado). (a) $t=0$ μm , (b) $t=1$ μm , (c) $t=3$ μm (d) $t=4.5$ μm Los esquemas muestran como se cierran las líneas de campo del recubrimiento por el núcleo, creando un campo *bias* H_b . ($a=5$ μm , $t_g=8$ μm , $l=6$ mm).

Para estudiar a fondo este proceso es muy conveniente analizar el comportamiento magnético de la fase blanda (el núcleo amorfo de Fe) en función del estado magnético del recubrimiento duro (preimanado o desimanado). Es decir, inicialmente se satura el sistema aplicando un campo magnético H_p (puntos 1 ó 3 de la Figura 3.9(a)) para a continuación barrer el ciclo de histéresis a bajo campo (entorno al punto 2 de la Figura 3.9(a)), de tal forma que el estado magnético de la fase dura permanece prácticamente inalterado. Otra opción es minimizar el efecto de la interacción dipolar, desimanando previamente el recubrimiento duro. Los ciclos medidos en estas tres condiciones se muestran en la Figura 3.10 en función del espesor t de

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

CoNi. El primer hecho importante es que el comportamiento biestable característico del microhilo de Fe de partida (Figura 3.10(a)) desaparece para espesores suficientemente elevados del recubrimiento duro ($t \geq 4.5 \mu\text{m}$, Figura 3.10(d)), a partir de los cuales prima la rotación de dominios en su ciclo de histéresis. Los ciclos negros de la Figura 3.10, medidos en presencia de una capa externa desimanada (i.e. minimizando la interacción dipolar), denotan que este efecto es puramente magnetoelástico: es producido por las tensiones transversales inducidas por la electrodeposición del recubrimiento de CoNi. El hecho de que la remanencia baje a medida que aumenta t y de que se reduzca la amplitud del LBJ hasta finalmente desaparecer es compatible con que esté disminuyendo el volumen del monodominio axial y aumentando el de la corteza con imanación radial en el núcleo de Fe [15]. Además, el campo de *switching* disminuye gradualmente con el espesor t tal y como muestra la Figura 3.11.

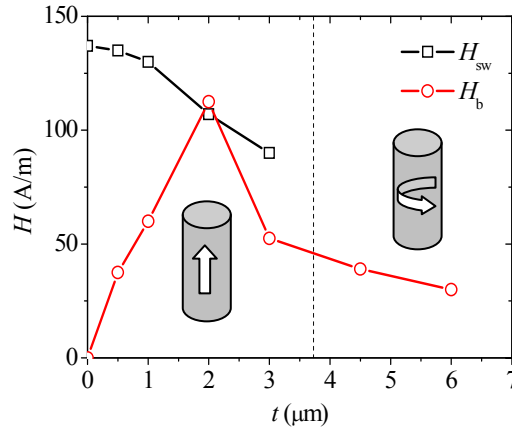


Figura 3.11 Campo de *switching* H_{sw} (recubrimiento de CoNi desimanado) y campo *bias* H_b (recubrimiento preimanado) de los microhilos Fe/CoNi de la Figura 3.10 en función del espesor t de CoNi. Los esquemas señalan la anisotropía predominante en el núcleo de Fe, que pierde su biestabilidad magnética para un espesor t entre 3 y 4.5 μm (señalado por una línea vertical discontinua).

Por otro lado, para los espesores t en los que el núcleo conserva la biestabilidad (Figuras 3.10(b),(c)), se observa que un recubrimiento preimanado ($H_p > 0$ (rojo), $H_p < 0$ (azul)) desplaza horizontalmente los ciclos de histéresis dependiendo del signo de H_p y además los convierte en asimétricos. La existencia de diferentes modos de inversión en cada rama del ciclo es un fenómeno de origen puramente dipolar [20] que ha sido recientemente simulado en la nanoescala [21] (en un nanohilo blando-duro con un espaciador no magnético como el que nos ocupa), obteniéndose ciclos análogos a los aquí presentados. El desplazamiento de los ciclos originado por un campo polarizador o *bias* H_b (ver esquema de la Figura 3.10), es el signo más claro de la interacción dipolar en el sistema y viene dado en este caso por:

$$H_b = \frac{|H_{sw+}| + |H_{sw-}|}{2} \quad (3.2)$$

donde $H_{sw\pm}$ es el campo de *switching* de las ramas positiva y negativa del ciclo de histéresis.

El comportamiento del campo *bias* con el espesor t del recubrimiento duro se muestra en la Figura 3.11: H_b aumenta inicialmente en el rango de espesores bajos en los que el núcleo de Fe conserva su carácter biestable de acuerdo a las simulaciones realizadas en [21]. Sin embargo, a partir de $t=2\ \mu\text{m}$ comienza a decaer probablemente debido a los cambios de origen magnetoelástico en la estructura del núcleo anteriormente comentados y que terminan por destruir su biestabilidad para espesores ligeramente superiores. En cuanto a la asimetría de los ciclos de histéresis preimanados de las Figuras 3.10(b),(c), se ha demostrado que su origen es la inhomogeneidad del campo *bias* en estos sistemas [21] (su efecto un sistema blando-blando será analizado en detalle en el siguiente apartado).

La influencia de las tensiones en el proceso de imanación del núcleo de estos hilos bifásicos se ha analizado también a partir del comportamiento de magnetoresistencia (MR) en dos muestras con espesores elevados de CoNi ($t=6$ y $12\ \mu\text{m}$). De acuerdo a la discusión anterior, es de esperar que en un hilo con $t=12\ \mu\text{m}$ exista un volumen muy importante de dominios con imanación perpendicular al eje del hilo como consecuencia del acoplamiento magnetoelástico inducido por el CoNi. Las medidas se han realizado en muestras de 13 mm de longitud con los extremos libres de recubrimiento (1 mm) y variando el ángulo θ entre el campo magnético aplicado y la corriente estática polarizadora ($I_{dc}=700\ \mu\text{A}$) que circula únicamente por el núcleo amorfo (ver Figura 3.12(c)). Los resultados se presentarán en términos de:

$$MR = [R(H) - R_0] / R_0 \quad (3.3)$$

donde $R(H)$ y R_0 son las resistencias medidas a un campo H dado y a campo $H=0$, respectivamente.

La dependencia angular de la MR del núcleo amorfo se muestra en las Figuras 3.12(a) y (b) para los dos espesores t de CoNi considerados. En ambos casos el comportamiento es el típico de magnetoresistencia anisótropa en un metal ferromagnético en forma de hilo [25]: la MR longitudinal ($\theta=0^\circ$) proporciona una contribución positiva a la resistencia y la perpendicular ($\theta=90^\circ$) una contribución negativa. Sin embargo, la forma particular de las curvas depende del espesor del recubrimiento (ver Figura 3.13): la magnetoresistencia longitudinal (Figura 3.13(a)) presenta un mínimo negativo en la zona de bajo campo para $t=12\ \mu\text{m}$ que apenas es visible para $t=6\ \mu\text{m}$. Por el contrario, la magnetoresistencia transversal (Figura 3.13(b)) es siempre negativa para $t=12\ \mu\text{m}$ mientras que tiene un máximo positivo para $t=6\ \mu\text{m}$. Los estudios de la influencia de tratamientos termomecánicos en la MR de hilos amorfos ricos en Fe sin recubrimiento de vidrio (con una estructura de dominios análoga a la de los microhilos recubiertos de vidrio) muestran que este comportamiento es consistente con un importante aumento del volumen magnético con imanación radial [26],[27] en el núcleo del hilo bifásico con $t=12\ \mu\text{m}$ y confirman el importante papel de las tensiones inducidas por el recubrimiento duro de CoNi en la evolución de los ciclos de histéresis de la Figura 3.10.

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

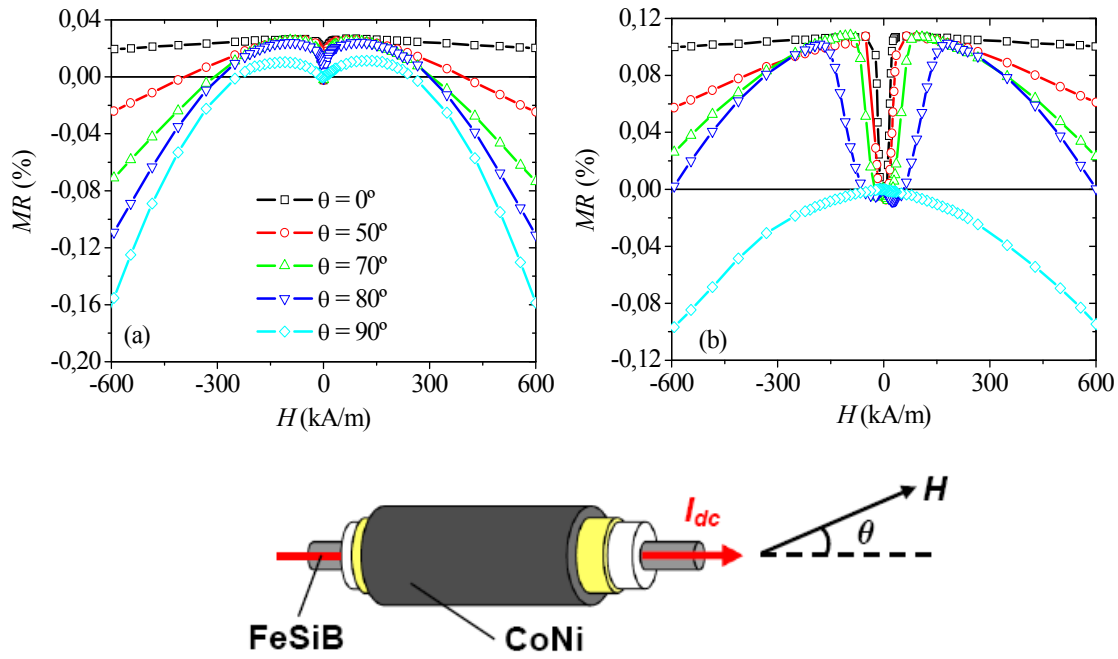


Figura 3.12 Magnetoresistencia del núcleo amorfo de Fe en un microhilo de Fe/CoNi con un espesor de CoNi de: (a) $t=6\ \mu\text{m}$ y (b) $t=12\ \mu\text{m}$. Angulo θ entre la corriente I_{dc} y el campo magnético estático H como parámetro. (c) Esquema de medida. ($a=5\ \mu\text{m}$, $t_g=8\ \mu\text{m}$, $l=13\ \text{mm}$).

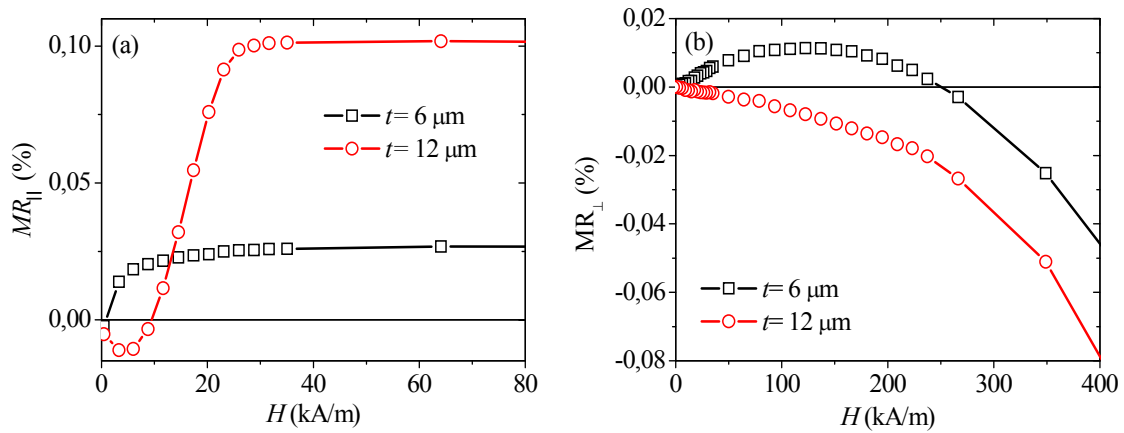


Figura 3.13 Detalle de la magnetoresistencia longitudinal (a) y transversal (b) del núcleo amorfo de Fe en un microhilo de Fe/CoNi en función del espesor t del recubrimiento de CoNi.

Como resumen, se puede decir que el proceso de imanación en esta estructura blando/duro es en general complejo ya que es el resultado de la competición entre una interacción magnetoelástica bastante intensa y un campo dipolar fuertemente inhomogeneo, ambos producidos por el recubrimiento duro. Si bien resulta un sistema interesante para estudiar la interacción dipolar [21], el control del *switching* en estos hilos (aspecto especialmente importante en esta tesis) está bastante limitado: el núcleo de Fe enseguida pierde la biestabilidad al aumentar el espesor del recubrimiento y además su H_{sw} no varía en exceso (ver Figura 3.11). Esta situación cambiará por completo en el sistema blando Fe/FeNi presentado a continuación, en el que la interacción dipolar controla el campo de *switching* dentro de un orden de magnitud.

3.2.3 Microhilos blando/blando Fe/FeNi

Las Figuras 3.14(a) y (b) muestran imágenes SEM de un microhilo bifásico de Fe/FeNi con una capa de FeNi de 2 μm de espesor. Se puede apreciar que la rugosidad superficial de estos recubrimientos blandos es muy reducida (mucho menor que la observada para CoNi, compárese con la Figura 3.7(b)) y que su espesor es también bastante homogéneo (Figura 3.14(a)). El Permalloy se ha electrodepositado en un baño electrolítico típico como el descrito en el apartado 2.2.2 con una densidad de corriente $j=12 \text{ mA/cm}^2$ y en un rango de tiempos entre 0 y 60 min., que equivalen a espesores t comprendidos entre 0 y 7.5 μm . En estas condiciones la composición esperada es $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ [12],[28], como así confirma el microanálisis superficial de la Figura 3.14(c). Su espectro de rayos X (Figura 3.15) revela la presencia de dos fases cristalinas: una FCC correspondiente a los picos principales y una cúbica simple (SC) perteneciente a los picos secundarios.

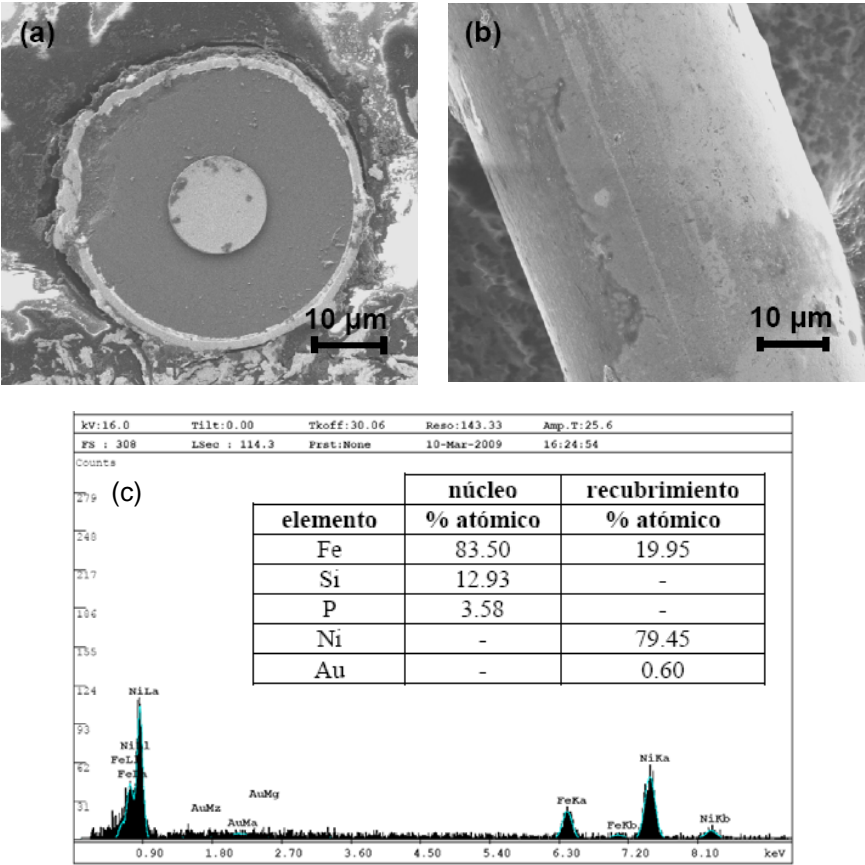


Figura 3.14 (a) y (b) Imágenes SEM de un microhilo bifásico de FeSiBP/FeNi. ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$, $t=2 \mu\text{m}$) (c) Microanálisis superficial del recubrimiento de FeNi. (El análisis composicional del núcleo de FeSiBP se muestra en la Figura 3.2(c)).

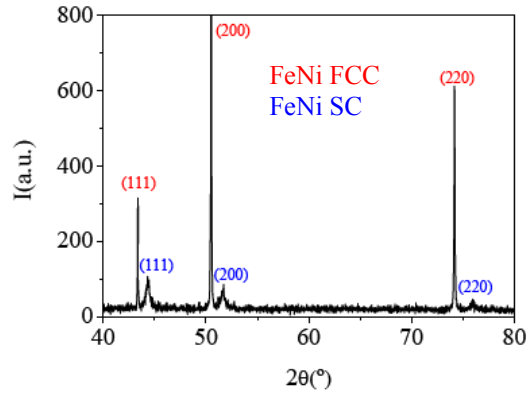


Figura 3.15 Espectro de rayos X del recubrimiento de FeNi (Fuente: [28]).

Antes de analizar el proceso de imanación del hilo bifásico conviene tener claro el comportamiento de las fases magnéticas por separado:

-El núcleo de Fe (un microhilo de FeSiBP rodeado de vidrio con $a=7\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=12\text{ }\mu\text{m}$) es biestable con un campo de *switching* $H_{sw} = 108\text{ A/m}$ (ver Figura 3.3(b)).

-Los recubrimientos de Permalloy (microtubos de radio interno $b=19\text{ }\mu\text{m}$ y espesor t electrodepositados sobre fibras de vidrio) tienen ciclos de histéresis axiales, Figura 3.16, que muestran que se trata de la fase más blanda: su campo coercitivo H_c es siempre inferior al H_{sw} del núcleo de Fe (señalado con línea discontinua en la Figura 3.16(a)). La forma de los ciclos es rectangular y a medida que crece el espesor t disminuye su susceptibilidad, el campo coercitivo y el cociente M_r/M_s de acuerdo a trabajos anteriores [29].

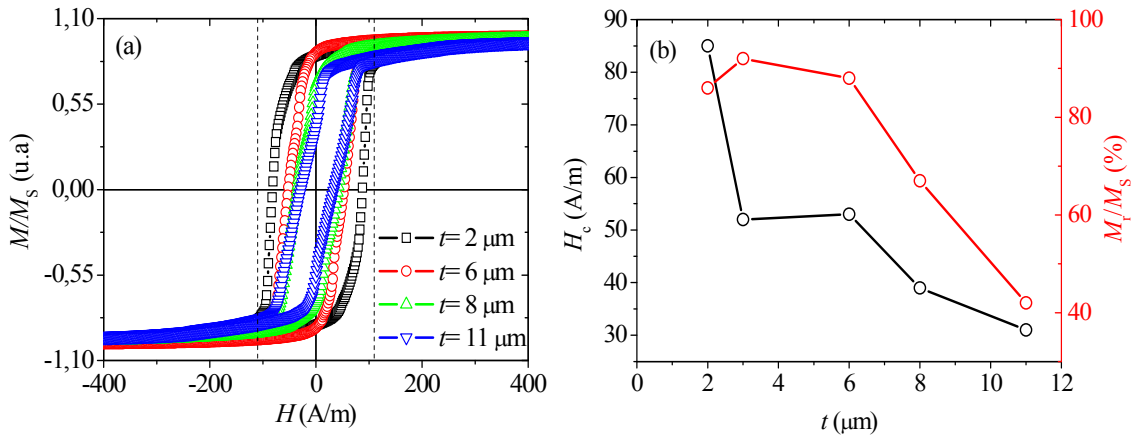


Figura 3.16 (a) Ciclos de histéresis axiales de los microtubos de FeNi en función de su espesor t . Las líneas verticales indican el campo de *switching* de la otra fase magnética (el núcleo de Fe de la Figura 3.3(b)). (b) Dependencia del campo coercitivo H_c y del cociente M_r/M_s con t ($b=19\text{ }\mu\text{m}$, $l=13\text{ mm}$).

Los ciclos de histéresis de un microhilo bifásico de Fe/FeNi de longitud $l=13\text{ mm}$ se presentan en la Figura 3.17 en función del espesor t del recubrimiento de FeNi. De manera análoga a la Figura 3.5, aunque en un rango de campos H bien diferente, el proceso de imanación tiene lugar en dos pasos separados en este caso por una región horizontal o *plateau*.

De acuerdo a lo discutido anteriormente, el salto por debajo de 100 A/m corresponde a la inversión del recubrimiento de FeNi (ver esquema de la Figura 3.17(c)), mientras que el LBJ a campo más elevado es debido al *switching* del núcleo interno de FeSiBP, que mantiene su biestabilidad magnética en todo el rango de espesores t considerados (un comportamiento opuesto al de los hilos de Fe/CoNi, compárese con la Figura 3.10).

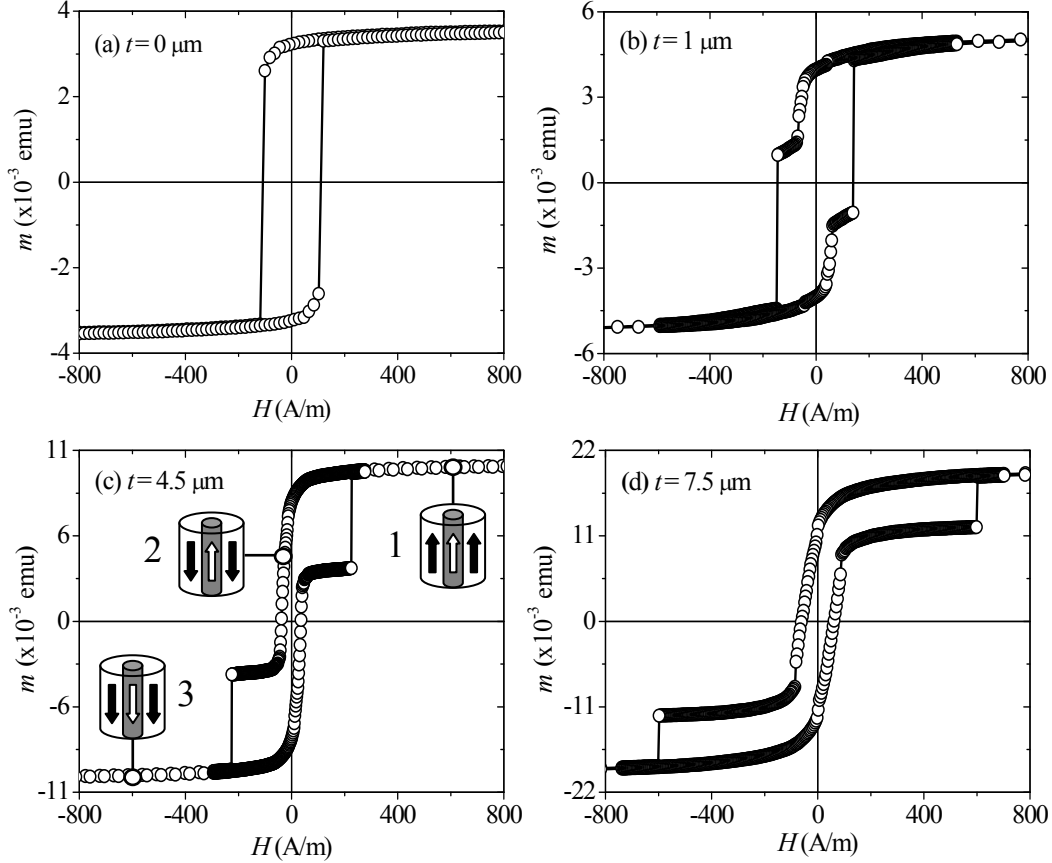


Figura 3.17 Ciclos de histéresis axiales de un microhilo bifásico de Fe/FeNi en función del espesor t del recubrimiento blando de FeNi: (a) $t=0 \mu\text{m}$, (b) $t=1 \mu\text{m}$, (c) $t=4.5 \mu\text{m}$ (d) $t=7.5 \mu\text{m}$. En (c) se indica esquemáticamente el orden en el que invierten las fases magnéticas. ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$, $l=13 \text{ mm}$).

Es interesante analizar como influye el espesor t de la capa de Permalloy en la inversión de la imanación de ambas fases (Figuras 3.17 y 3.18(a)): la susceptibilidad del salto asociado a la capa de FeNi disminuye ligeramente a medida que su espesor aumenta de acuerdo a lo visto en la Figura 3.16, probablemente debido a la anisotropía de forma. La inversión del núcleo de Fe también se ve afectada: el volumen magnético asociado al LBJ se mantiene constante ($\approx 6 \times 10^{-3}$ emu) al aumentar t , mientras que su campo de *switching* (i.e. la extensión del *plateau*) aumenta de manera continua desde 150 A/m para la capa más fina hasta alcanzar un valor de $H_{sw}=577$ A/m para un recubrimiento de FeNi de 7.5 μm de espesor (Figura 3.17(d)). Este comportamiento evidencia la presencia de un fuerte acoplamiento entre las fases magnéticas.

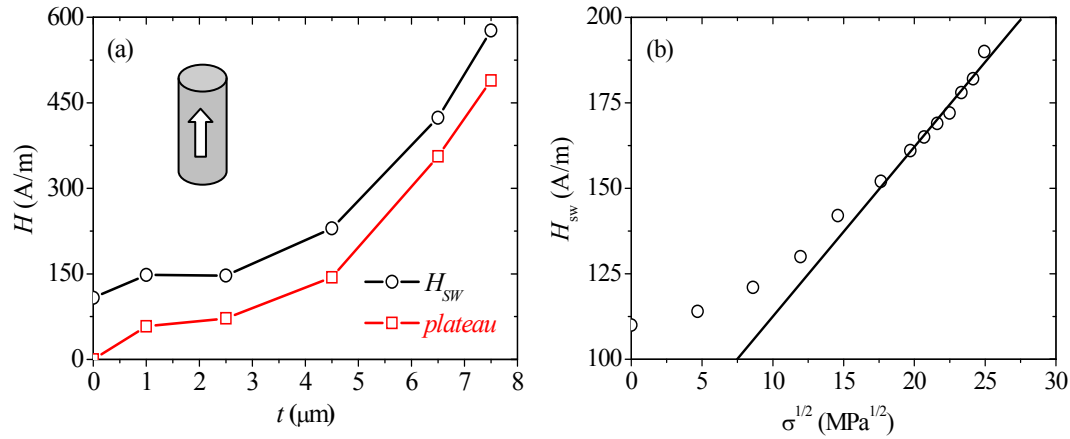


Figura 3.18 (a) Campo de *switching* H_{sw} y extensión del *plateau* en los microhilos de Fe/FeNi de la Figura 3.17 en función del espesor t del recubrimiento de FeNi. El esquema señala la anisotropía predominante en el núcleo de Fe. (b) Dependencia de H_{sw} con una tensión axial de extensión externa σ en un microhilo de FeSiBP sin recubrimiento de FeNi (Figura 3.17(a)). La línea continua representa un ajuste lineal.

El campo de *switching* del núcleo de Fe aumenta de manera no lineal con el espesor t del recubrimiento tal y como muestra la Figura 3.18(a). Por lo tanto, y dado que $\lambda_S > 0$ para FeSiBP, se debe aclarar en primer lugar si este fuerte incremento es simplemente debido a las tensiones inducidas por el recubrimiento de FeNi. Esta contribución magnetoelástica no es sencilla de estimar en el sistema blando-blando que nos ocupa, ya que no es posible estudiar la curva de imanación del núcleo interno en presencia de una capa externa desimanada [12],[20] como si se hizo en el apartado anterior para un recubrimiento duro. A pesar de ello, el aumento de H_{sw} con t sugiere que la electrodeposición de FeNi induce tensiones axiales en el núcleo rico en Fe (una situación nuevamente contraria a la de los hilos Fe/CoNi). Para simular la importancia de este tipo de tensiones en el comportamiento de *switching* de los hilos bifásicos, se ha medido H_{sw} en función de tensiones axiales de extensión σ en el microhilo de Fe sin recubrimiento de FeNi (Figura 3.17(a)). Los resultados se muestran en la Figura 3.18(b). De acuerdo con trabajos previos basados en la energía necesaria para formar la pared de dominio involucrada en el proceso de inversión de la imanación [30]: $H_{sw} \propto \sigma^{1/2}$ para σ mayores que las tensiones residuales de la estructura (300-400 MPa en la Figura 3.18(b), un valor razonable para un microhilo recubierto de vidrio [15]). Sin embargo, el resultado más importante es que, siguiendo esta tendencia, sería necesarias unas tensiones poco razonables ($\sigma \approx 5-10$ GPa) para reproducir los valores de H_{sw} tan elevados que aparecen en los hilos bifásicos para $t > 4.5 \mu\text{m}$. Este resultado sugiere que la interacción magnetoelástica no es capaz de explicar por sí misma el comportamiento observado en la Figura 3.17 y se debe tener en cuenta la interacción dipolar en el sistema. De hecho, el mismo tipo de ciclos de histéresis aparecen en otros sistemas bifásicos como un conjunto de hilos ferromagnéticos biestables de Fe [6],[7], de Fe y FeCo [31] o en una matriz amorfa blanda con nanocristales duros embebidos [8] en los que se ha

demostrado que la extensión del *plateau* (i.e. H_{sw} en el caso de los microhilos Fe/FeNi de la Figura 3.17) depende fuertemente de la separación entre las fases magnéticas debido a una pura interacción dipolar [7]. Así pues, parece razonable asumir que el acoplamiento magnetoestático juega el papel fundamental en el comportamiento mostrado en la Figura 3.18(a).

El acoplamiento dipolar controla H_{sw} en los hilos bifásicos de Fe/FeNi de la siguiente manera: justo antes del *switching* del núcleo de Fe, la capa de FeNi ha invertido ya su imanación (punto 2 de la Figura 3.17(a)) y genera un campo *bias* H_b en el núcleo (ver esquemas de la Figura 3.10) que se opone al campo H aplicado. Este efecto retrasa H_{sw} tal y como se observa en la Figura 3.17. Para probar esta afirmación, así como para justificar los resultados de la Figura 3.18(a), se ha realizado un cálculo de la intensidad de H_b basado en modelos previos para geometría cilíndrica [22]. Se adoptará una descripción simplificada pero realista del sistema: ambas fases se encuentran saturadas justo antes del *switching* del núcleo de Fe. En estas condiciones el potencial magnetoestático producido por el microtubo de FeNi se puede calcular a partir de la integral de superficie:

$$V(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi} \int_s \frac{\mathbf{n}' \cdot \mathbf{M}(\mathbf{r}')}{|\mathbf{r} - \mathbf{r}'|} dS' \quad (3.4)$$

La ecuación (3.4) tiene únicamente contribuciones de los extremos del tubo y será calculada a lo largo del eje z del núcleo (ver esquema de la Figura 3.19(b)), dónde existe una solución analítica sencilla. Finalmente, el campo dipolar H_b producido por el tubo de FeNi en el núcleo interno de Fe vendrá dado por:

$$H_b = -\nabla V(\mathbf{r}) \quad (3.5)$$

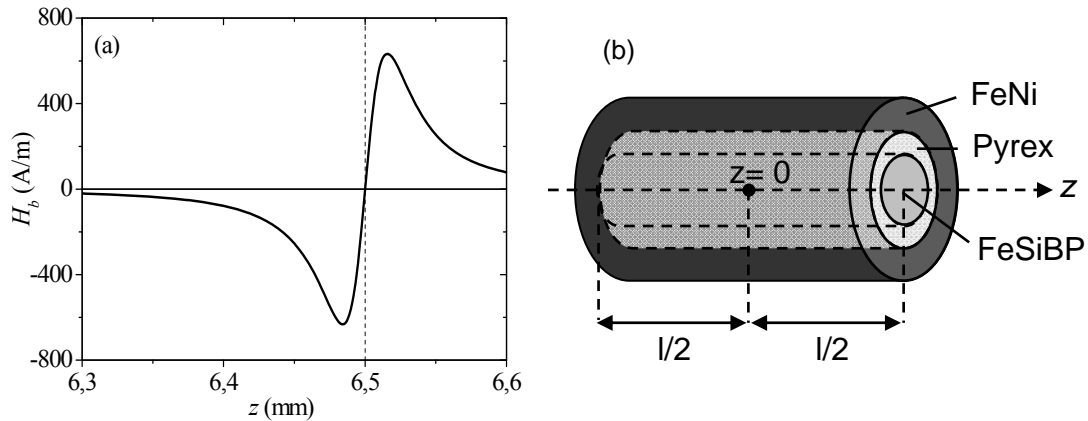


Figura 3.19 (a) Campo *bias* H_b creado por un microtubo de FeNi de $7.5 \mu\text{m}$ de espesor a lo largo del eje z del núcleo de Fe, cerca de uno de sus extremos (señalado por una línea vertical discontinua), $\mu_0 M_s = 1.1 \text{ T}$. El tubo tiene la misma longitud ($l = 13 \text{ mm}$) y radio interno ($b = 19 \mu\text{m}$) que los de la Figura 3.17. (b) Esquema mostrando el sistema de coordenadas elegido en el hilo.

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

Tal y como muestra la Figura 3.19(a), los recubrimientos con espesores t elevados crean un campo desimanador H_b intenso cerca de los extremos del núcleo de Fe ($z \lesssim 6.5$ mm). Esta es precisamente la región en la que la pared de dominio se desengancha una vez que el campo H aplicado alcanza H_{sw} [4], de manera que el campo H_b debe ser compensado para invertir el núcleo de los hilos bifásicos Fe/FeNi. Además, se debe hacer notar que: i) H_b alcanza su valor máximo a unas $15 \mu\text{m}$ ($z=6.485$ mm) del extremo del núcleo y a partir de ese punto decrece rápidamente hacia el centro ($z=0$ mm), y ii) H_b cambia de signo justo en el exterior del tubo de FeNi ($z \gtrsim 6.5$ mm).

La dependencia del campo *bias* con el espesor t del recubrimiento de FeNi (calculada en $z=6.485$ mm) se presenta en la Figura 3.20. H_b aumenta de manera no lineal con t en buen acuerdo cualitativo con los resultados experimentales de la Figura 3.18(a). Para obtener un mejor ajuste se debería considerar la distribución H_b a lo largo del núcleo de Fe.

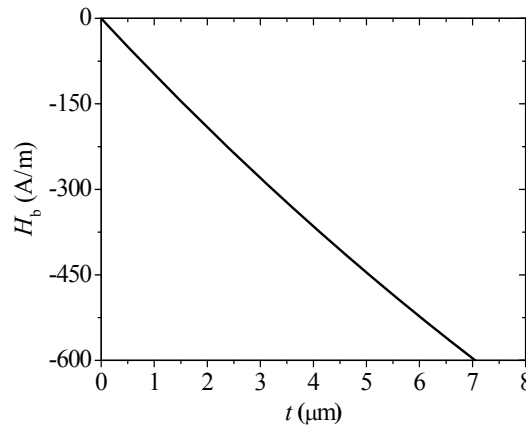


Figura 3.20 Campo *bias* H_b creado por un microtubo de FeNi en función de su espesor t . H_b se ha calculado en un punto del eje z del núcleo de Fe situado a $15 \mu\text{m}$ de uno de sus extremos. $\mu_0 M_S = 1.1$ T. Los tubos tienen la misma longitud ($l=13$ mm) y radio interno ($b=19 \mu\text{m}$) que los de la Figura 3.17.

De cara a analizar en mayor profundidad el control magnetoestático de H_{sw} en los hilos bifásicos de Fe/FeNi, se ha estudiado la influencia de la longitud l de las muestras en un hilo con un espesor elevado de FeNi ($t=7.5 \mu\text{m}$) donde, de acuerdo a los resultados anteriores, es de esperar una mayor influencia de la interacción dipolar. Los resultados se muestran en la Figura 3.21 y revelan un cambio brusco en el campo de *switching* del núcleo de Fe (Figura 3.21(b)): H_{sw} permanece prácticamente constante alrededor de 600 A/m a medida que se reduce l y se incrementa de manera repentina más de dos veces para $l=6$ mm. Finalmente, alcanza un valor de 1300 A/m para $l=2$ mm. Esta tendencia no se observa para el hilo sin recubrimiento de FeNi (Figura 3.6(b)), en el que H_{sw} no depende apenas de l , y apoya el papel fundamental de la interacción dipolar en estos hilos. Este resultado se puede explicar teniendo en cuenta cambio tan grande que experimenta la anisotropía del microtubo de Permalloy al reducir su longitud (ver Figura 3.22), un efecto que no se puede explicar en términos del campo desimanador (los

factores desimanadores adecuados para esta geometría [32],[33] no corrigen los ciclos de histéresis). La longitud para la cual cambia drásticamente la anisotropía del tubo de FeNi coincide aproximadamente con el mismo rango de l en el que H_{sw} aumenta de manera brusca en el hilo bifásico. El cambio de eje fácil que experimenta la capa de FeNi al reducir su longitud ciertamente alterará su distribución de polos magnéticos y por lo tanto modificará el campo dipolar que actúa en el núcleo de Fe, originando en este caso un aumento adicional en su campo de *switching*. Es importante resaltar que al reducir la longitud l del hilo la situación se torna mucho más compleja, de manera que el modelo tan sencillo aquí considerado (y otros basados en los mismos supuestos [22],[7]) falla a la hora de explicar los resultados experimentales: para hilos cortos la capa externa de FeNi deja de estar saturada cuando el núcleo de Fe invierte su imanación (ver Figura 3.22(a)) y es necesario considerar la contribución de volumen en el potencial magnetostático (ecuación (3.4)). Esta tarea está fuera del objeto de este apartado.

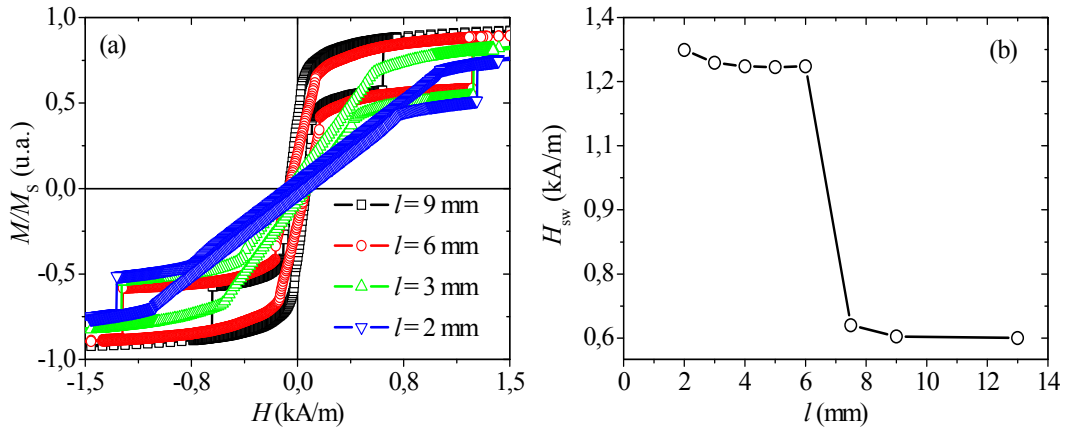


Figura 3.21 Influencia de la longitud l en un microhilo de Fe/FeNi con un recubrimiento externo de FeNi de 7.5 μm de espesor: (a) ciclos de histéresis axiales y (b) evolución del campo de *switching* H_{sw} del núcleo de Fe. ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=12 \mu\text{m}$).

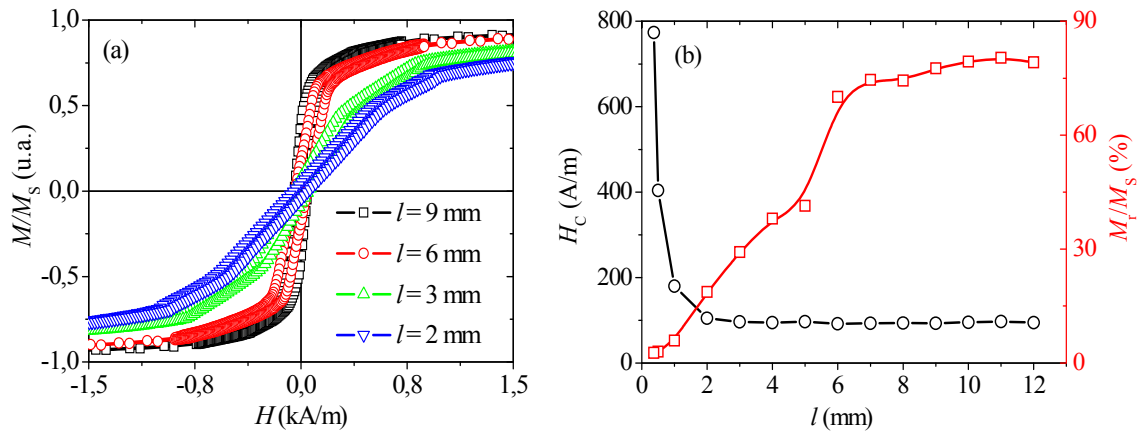


Figura 3.22 (a) Ciclos de histéresis axiales de un microtubo de FeNi de 7.5 μm de espesor en función de su longitud l . (b) Dependencia del campo coercitivo H_c y del cociente M_r/M_s con l . El tubo tiene el mismo espesor y radio interno ($b=19 \mu\text{m}$) que el de la Figura 3.21.

3.2 Biestabilidad magnética en microhilos mono y bifásicos

Por último, y de acuerdo a la Figura 3.19(a), en el caso de que la capa de FeNi sea ligeramente más corta que el núcleo de Fe (es decir, que el recubrimiento no llegue hasta el extremo del hilo como en el esquema de la Figura 3.23(c)) el campo H_b va a dificultar menos el *switching* del núcleo de Fe. Es lo que se observa en los resultados experimentales de las Figuras 3.23(a),(b), y permite un control adicional de H_{sw} .

Se ha mostrado que la biestabilidad magnética en los microhilos blando/blando Fe/FeNi es muy sensible a cualquier modificación de su geometría como consecuencia de la interacción dipolar existente entre las fases magnéticas. La intensidad de este acoplamiento se puede variar de manera efectiva en estos hilos y permite controlar el campo de *switching* del núcleo amorfo dentro de un orden de magnitud, a diferencia de lo que ocurre en un sistema típico blando/duro como el analizado en el apartado anterior.

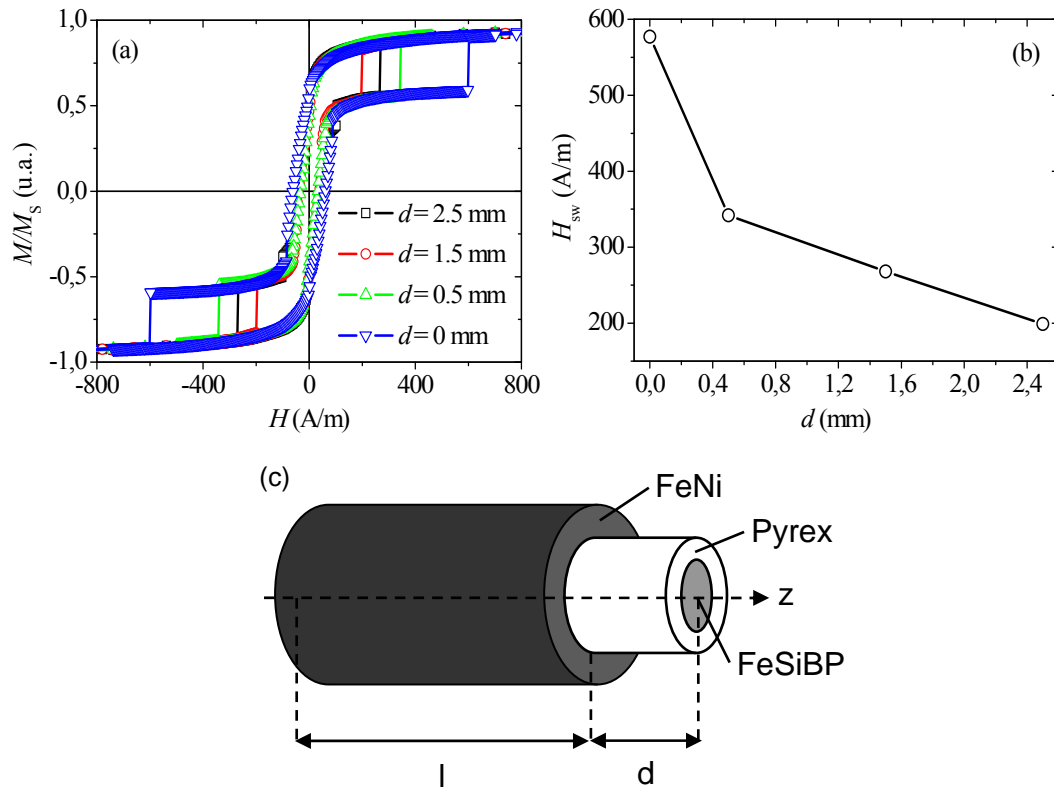


Figura 3.23 (a) Ciclos de histéresis axiales de un microhilo de Fe/FeNi con un recubrimiento externo de FeNi de 7.5 μm de espesor en función de la longitud d de un extremo libre de FeNi. (b) Evolución del campo de *switching* H_{sw} del núcleo de Fe. (c) Esquema mostrando la geometría del hilo. ($a=7$ μm , $t_g=12$ μm , $l=13$ mm).

Para finalizar el capítulo se va a presentar una familia de microhilos bifásicos en la que el acoplamiento es apenas significativo. El interés de este sistema es que la presencia de dos fases blandas débilmente acopladas lo convierten en ideal para estudiar el comportamiento de resonancia ferromagnética en este tipo de estructuras multicapa (ver Capítulo 5).

3.3 Microhilos blando/blando CoFe/FeNi

La Figura 3.24(a) muestra una imagen SEM de electrones retrodispersados de un corte transversal de microhilo bifásico de CoFe/FeNi con un espesor de FeNi de 9 μm . El contraste en estas imágenes permite apreciar como la composición tanto del núcleo como del recubrimiento es homogénea a lo largo de la sección transversal del hilo, una característica general de todas las muestras bifásicas fabricadas. El microanálisis superficial del núcleo amorfo de CoFe y su espectro de rayos X se presentan en las Figuras 3.24(b),(c) respectivamente. El recubrimiento blando de Permalloy se ha crecido en idénticas condiciones a las del apartado anterior.

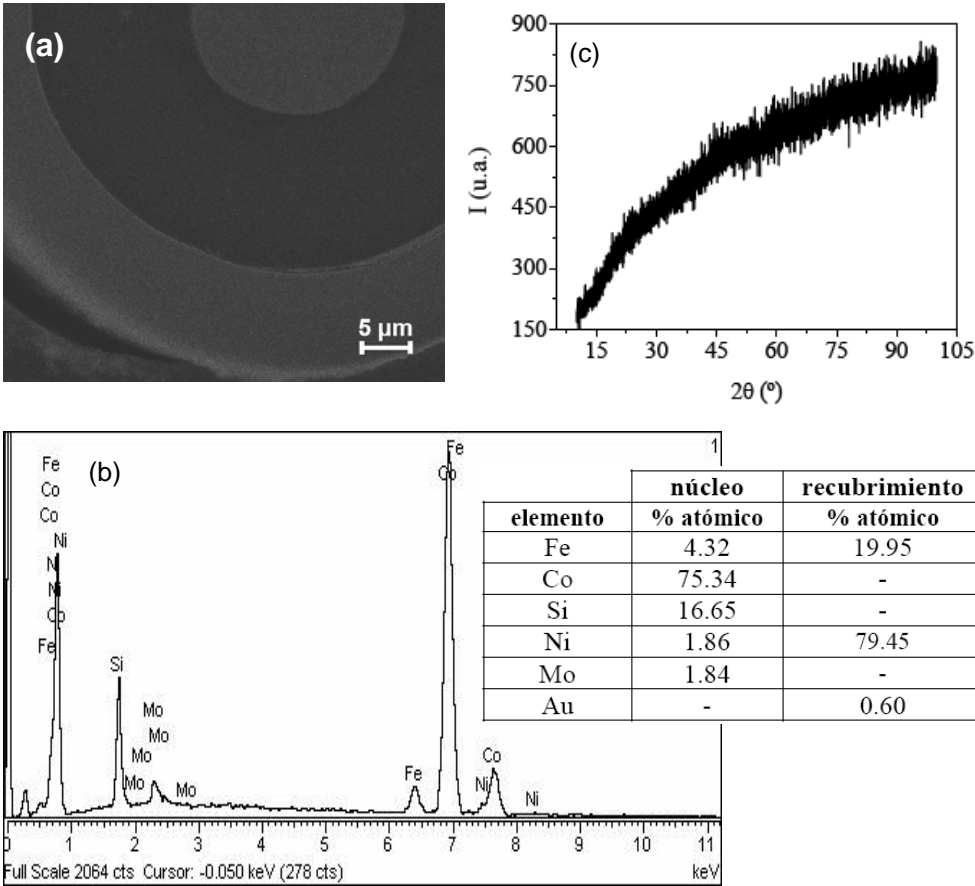


Figura 3.24 (a) Imagen SEM de electrones retrosispersados de un microhilo bifásico de CoFeNiSiBMo/FeNi ($a=7 \mu\text{m}$, $t_g=14 \mu\text{m}$, $t=9 \mu\text{m}$). (b) Microanálisis composicional del núcleo de CoFeNiSiBMo y (c) su espectro de rayos X (Fuente: [12]). (El microanálisis composicional y el espectro de rayos X del recubrimiento de FeNi se muestran en las Figuras 3.14(a) y 3.15, respectivamente).

Los ciclos de histéresis de un microhilo bifásico CoFe/FeNi de longitud $l=13 \text{ mm}$ se muestran en la Figura 3.25 en función del espesor t de la capa de FeNi. El núcleo blando recubierto de vidrio ($t=0 \mu\text{m}$) tiene un ciclo anhisterético con un valor de campo de anisotropía circular $H_k=500 \text{ A/m}$ acorde con su baja magnetostricción negativa ($\lambda_s \approx -10^{-7}$) en el que la inversión de la imanación está determinada fundamentalmente por la rotación de la imanación

3.3 Microhilos blando/blando CoFe/FeNi

de los dominios circulares de la parte externa del núcleo [3],[15]. En cuanto a las curvas de imanación de los hilos con recubrimiento de FeNi, la inversión de ambas fases magnéticas coincide en el mismo rango de campos H y los ciclos son, a diferencia de los dos casos anteriores, una mera suma del comportamiento de los materiales por separado (véase por ejemplo el ciclo para $t=1.5\text{ }\mu\text{m}$ de la Figura 3.25): partiendo de saturación positiva, se observa inicialmente una región lineal con susceptibilidad prácticamente idéntica a la del hilo sin recubrir que se prolonga hasta el momento en el que invierte la imanación del recubrimiento blando de FeNi ($|H| < 100\text{ A/m}$, ver Figura 3.16). A continuación, el ciclo recupera el comportamiento lineal hasta alcanzar la saturación negativa. A medida que aumenta el espesor t la señal magnética del FeNi gana importancia relativa con lo que se difumina la región lineal asociada al núcleo. Finalmente, para espesores suficientemente elevados ($t=6\text{ }\mu\text{m}$) el comportamiento es prácticamente el del recubrimiento de Permalloy.

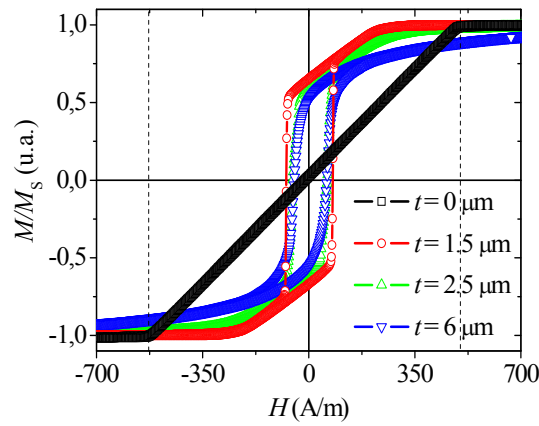


Figura 3.25 Ciclos de histéresis axiales de un microhilo bifásico de CoFe/FeNi en función del espesor t del recubrimiento blando de FeNi. Las líneas verticales discontinuas señalan el campo de anisotropía circular H_k del hilo sin recubrir. ($a=7\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=14\text{ }\mu\text{m}$, $l=13\text{ mm}$).

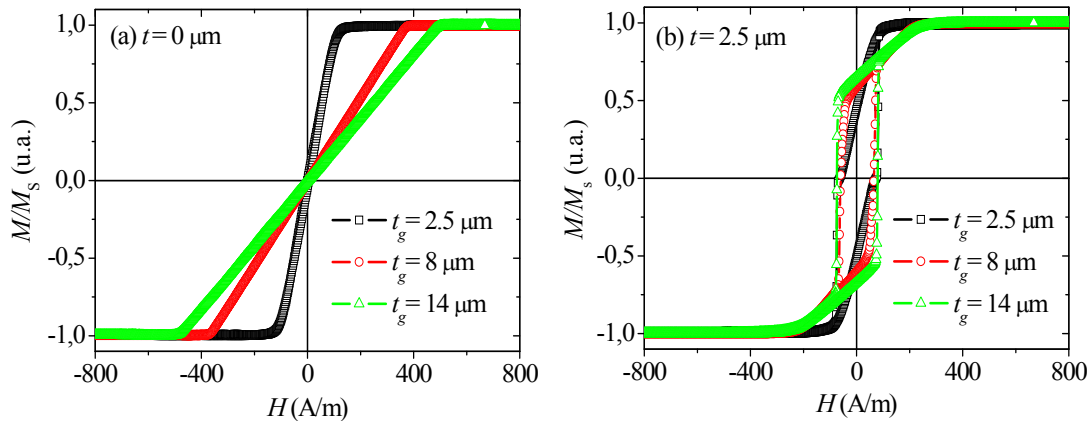


Figura 3.26 Influencia del espesor de vidrio t_g en los ciclos de histéresis de (a) un microhilo monofásico de CoFe y (b) de un microhilo bifásico de CoFe/FeNi con $t=2.5\text{ }\mu\text{m}$. ($a=7\text{ }\mu\text{m}$, $l=13\text{ mm}$).

La influencia del espesor t_g del recubrimiento de vidrio en los ciclos de histéresis se muestra en la Figura 3.26. El aumento del espesor de Pyrex origina un incremento del campo de anisotropía circular para los hilos sin capa externa de FeNi (Figura (a)) como consecuencia de las tensiones internas inducidas durante la solidificación rápida [15]. Este hecho se refleja en la pendiente de la región lineal de los ciclos de los hilos bifásicos (Figura (b)).

3.4 Conclusiones

En este primer capítulo de resultados experimentales se ha analizado el proceso de imanación estático de las diferentes familias de microhilos consideradas en esta tesis. En cuanto a las muestras monofásicas ricas en Fe (estudiadas en detalle en los Capítulos 4 y 5), los resultados más relevantes se refieren a un hilo amorfo submicrométrico. Sus curvas de imanación sugieren que la estructura de dominios típica de estas muestras se modifica al aproximarse el radio del hilo la nanoescala no solo como consecuencia de la anisotropía de forma, sino también por la modificación de las tensiones inducidas por el extenso recubrimiento de vidrio que los rodea. Respecto a los microhilos bifásicos con núcleo de Fe, se ha estudiado la modificación de su biestabilidad magnética en presencia de un recubrimiento magnético externo más duro (CoNi) o más blando (FeNi). La interacción dipolar característica de estos sistemas hace posible en el último caso un control efectivo del campo de *switching* del núcleo amorfo. Finalmente, se ha presentado una familia de hilos bifásicos en los que el acoplamiento es débil y que será muy útil para aclarar el comportamiento de resonancia ferromagnética de estas estructuras multicapas (Capítulo 5).

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Double large Barkhausen jum in soft-soft composite microwires” **G. Infante**, G. A. Badini-Confalonieri, R. P. del Real, M. Vázquez, *J. Phys D: Appl. Phys.* **43** (2010) 345002.
- “Anisotropic magnetoresistance in biphas microwires” **G. Infante**, K. J. Merazzo, G. A. Badini-Confalonieri, F. Batallán, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 07A320.
- “Circular magnetoelastic anisotropy induced in the nucleus of an FeSiBP-CoNi soft-hard biphas microwire” J. Torrejón, **G. Infante**, K. J. Merazzo, G. A. Badini-Confalonieri, *IEEE Trans. Magn.* **44** (2009) 3942-3945.
- “Biased magnetization reversal in bi-phase multilayer microwires” G. A. Badini-Confalonieri, **G. Infante**, J. Torrejón, M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) 2443-2450

3.5 Referencias

- [1] D. C. Jiles, D. L. Atherton, *J. Magn. Magn. Mater.* **61** (1986) 48-60
- [2] A. Hubert, R. Schäfer, *Magnetic Domains*, Springer (1998) 489
- [3] M. Vázquez, A. Hernando, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **29** (1996) 939-949
- [4] R. Varga, K. L. García, M. Vázquez, P. Vojtanik, *Phys. Rev. Lett.* **94** (2005) 017201
- [5] J. S. Miller, M. Drillon, *Magnetism: Molecules to Materials IV*, Wiley (2002) 250
- [6] J. Velázquez, C. García, M. Vázquez, A. Hernando, *Phys. Rev. B* **54** (1996) 9903-9911
- [7] A. Pereira, J. C. Denardin, J. Escrig, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 083903
- [8] N. Lupu, T. A. Ovari, S. Corodeanu, H. Chiriac, *J. Appl. Phys.* **103** (2008) 07E325
- [9] M. Rivas, J. A. García, M. Tejedor, E. Bertrán, J. C. Céspedes, *J. Appl. Phys.* **97** (2007) 023903
- [10] Laboratorio de microscopía FE-SEM del ICMM-CSIC: <http://www.icmm.csic.es/tecnicas/meb.htm>
- [11] SIDI-UAM: <http://www.uam.es/investigacion/servicios/sidi/actividades.html>
- [12] J. Torrejón, “*Estudio del acoplamiento magnetoelástico y magnetoestático en microistemas multicapas bifásicos*”. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid (2008)
- [13] A. Makino, T. Kubota, M. Makabe, C. T. Chang, A. Inoue, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) 2499-2503
- [14] H. Chiriac, S. Corodeanu, M. Lostun, G. Ababei, T. A. Ovari, *J. Appl. Phys.* **107** (2010) 09A301
- [15] H. Chiriac, T. A. Ovari, *Prog. Mat. Sci.* **40** (1997) 333-407
- [16] M. Vázquez, H. Chiriac, A. Zhukov, L. Panina, T. Uchiyama, *Phys. Stat. Sol. (a)*, DOI: 10.1002/pssa.201026488
- [17] M. Vázquez, C. Gómez-Polo, H. Theuss, H. Kronmüller, *J. Magn. Magn. Mater.* **164** (1966) 319-326
- [18] R. P. Cowburn, D. K. Koltsov, A. O. Adeyeye, M.E. Welland, D. M. Tricher, *Phys. Rev. Lett* **83** (1999) 1042-1044
- [19] J. Torrejón, L. Kraus, G. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Acta Materialia* **56** (2008) 292-298
- [20] G. Rauscher, C. Radloff, *IEEE Trans. Magn.* **27** (1991) 5238-5240
- [21] S. Allende, J. Escrig, D. Altbir, E. Salcedo, M. Bahiana, *Nanotechnology* **20** (2009) 445707
- [22] J. Escrig, S. Allende, D. Altbir, M. Bahiana, J. Torrejón, G. Badini, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 023907
- [23] K. Pirota, M. Provencio, K. L. García, R. Escobar-Galindo, P. Mendoza Zelis, M. Hernández-Vélez, M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **290-291** (2005) 68-73
- [24] M. Vázquez, G. Badini-Confalonieri, L. Kraus, K. R. Pirota, J. Torrejón, *J. Non. Cryst. Solids* **353** (2007) 763-767
- [25] U. Gonser, M. Chafari, H. G. Wagner, R. Kern, *J. Magn. Magn. Mater.* **23** (1981) 279-282
- [26] Y. Makino, J. L. Costa, V. Madurga, K. V. Rao, *IEEE Trans. Magn.* **25** (1989) 3620
- [27] G. Bordin, G. Buttino, A. Cecchetti, M. Poppi, *J. Magn. Magn. Mater.* **231** (2001) 179-184
- [28] J. Torrejón, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **103** (2008) 07E712
- [29] F. E. Atalay, S. Atalay, *J. Alloys Compd.* **392** (2005) 322-328
- [30] P. Aragonese, J. M. Blanco, L. Domínguez, J. González, A. Zhukov, M. Vázquez, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **31** (1998) 3040-3045
- [31] V. Rodionoba, M. Ipatov, M. Llyn, V. Zhukova, N. Perov, L. Panina, J. González, A. Zhukov, *J. Appl. Phys.* **108** (2010) 016103
- [32] M. Beleggia, D. Vokoun, M. De Graef, *J. Magn. Magn. Mater.* **321** (2009) 1306-1315
- [33] D.-X. Chen, *J. Appl. Phys.* **89** (2001) 3413-3415

4. DINÁMICA DE UNA PARED DE DOMINIO

4.1. Introducción

4.2. Modelos para el movimiento de la pared

4.3. Amortiguamiento por relajación estructural

4.3.1. Influencia de la frecuencia de medida

4.3.2. Influencia de tratamientos térmicos

4.4. Propagación en presencia de campo transversal

4.5. Conclusiones

4.6. Referencias

4.1 Introducción

El movimiento controlado de paredes de dominio magnéticas en nanohilos litografiados de Permalloy se ha convertido a lo largo de la última década en un fenómeno relevante en magnetismo tanto por su interés fundamental como por su eminente aplicación práctica en el campo de la espintrónica [1]. En este aspecto, cabe destacar una de las primeras medidas cuantitativas de las propiedades dinámicas de una pared de dominio en un hilo submicrométrico multicapa realizada por Ono y colaboradores [2] empleando un campo magnético externo. Más adelante, parte de los mismos investigadores observarían también de manera directa la manipulación de una única de estas fronteras mediante una corriente eléctrica pulsada en un nanohilo monocapa [3]. Los interesantes resultados descritos en este trabajo y en otros muchos basados en el mismo efecto [4],[5] encontrarían poco después su justificación en términos del par de transferencia de espín [6], de manera análoga a la magnetoresistencia gigante en multicapas. Por último, y de manera más reciente, científicos de la universidad de Texas han confirmado experimentalmente en un nanohilo monocapa la existencia de una interacción adicional entre electricidad y magnetismo: la fuerza electromotriz inducida durante el movimiento de una pared de dominio [7], obteniendo una relación universal entre voltaje inducido y campo magnético aplicado.

Se han propuesto numerosos nanodispositivos basados en hilos magnéticos que hacen uso de alguna de las dos estrategias anteriores (desplazamiento de la pared por campo magnético o corriente eléctrica) para manipular, codificar y almacenar información. Así pues, la arquitectura de memoria tipo *racetrack* propuesta por el grupo de Parkin en IBM [8] promete aunar eficiencia y fiabilidad elevadas junto a bajo coste en un sistema 3D no volátil en el que cada elemento (nanohilo) almacena múltiples bits, mientras que en el terreno de las memorias asistidas por campo magnético se continúa investigando la viabilidad de otras alternativas como el movimiento de la pared por un campo transversal no uniforme [9]. Otro interesante ejemplo de las posibles aplicaciones de estos sistemas es la implementación de una lógica magnética [10] con puertas basadas en paredes de dominio que se propagan en un patrón geométrico simple.

No obstante, todos estos dispositivos se enfrentan al mismo tipo de problemas de cara a convertirse en una realidad comercial. Los aspectos claves al respecto son conseguir paredes de dominio suficientemente rápidas [11],[12] y lograr controlar la interacción entre varias de estas fronteras cuando se mueven simultáneamente y a velocidades elevadas sobre una misma pista [13]. Detrás de estas dificultades está el amortiguamiento que sufre la pared debido a los distintos tipos de defectos que se encuentra en su movimiento a través de un material real o que son introducidos de manera artificial. Por tanto, los mecanismos de disipación magnética son

especialmente importantes ya que el amortiguamiento gobierna la movilidad de la pared y controla en último término su velocidad.

En este trabajo se abordarán algunos de estos interrogantes en un campo de pruebas alternativo como son los microhilos amorfos recubiertos de vidrio. Pese a pertenecer a otra escala, comparten características comunes con los nanohilos como son la existencia de una única pared de dominio y presentan un comportamiento magnético similar en muchos aspectos [14],[15]. Como se ha comentado en el Capítulo 1, la biestabilidad magnética en los microhilos ricos en Fe es consecuencia de su estructura de dominios en la que un gran monodominio axial invierte su imanación por el desenganche de una de las estructuras de cierre presente en sus extremos. Bajo determinadas condiciones experimentales se observa para esta pared de 180° una relación lineal entre velocidad y campo que ha sido ampliamente estudiada ya que ofrece un análisis directo de los mecanismos de amortiguamiento en estos hilos [16]. Sin embargo, en otras circunstancias aparecen dinámicas no lineales más complejas y de origen diverso como puede ser, por ejemplo, un cambio en la estructura interna de la pared. Se piensa que este mecanismo es el responsable de las velocidades tan elevadas reportadas recientemente estos sistemas [17], aunque no hay evidencia directa del cambio de estructura y, además, existe cierta controversia al respecto [18].

En el marco de esta situación compleja, a lo largo del este capítulo se presentarán estudios encaminados a confirmar el importante papel que tiene la relajación de la estructura amorfa en el amortiguamiento de la pared de dominio presente en estos hilos. El resultado fundamental será ver como la frecuencia del campo magnético controla la intensidad de este amortiguamiento local inducido hasta en un orden de magnitud. Por otro lado, la realización de tratamientos térmicos permitirá observar un cambio en el comportamiento de la pared: aparece una región con movilidad más alta para campos suficientemente intensos en la que la pared logra superar la fricción debida al *after-effect* magnético. En el último apartado, se analizará el efecto de la acción simultánea de un campo magnético axial y otro transversal. La existencia de dos regímenes de velocidad con comportamiento diferente respecto al campo magnético efectivo apoya la hipótesis del cambio en la estructura de la pared como mecanismo acelerador.

En este capítulo se han empleado microhilos mohofásicos con composición nominal $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$; una aleación con elevada *glass-forming ability* y excelentes propiedades magnéticas [19]. El estudio se ha llevado a cabo en hilos de 14 μm de radio metálico, 12 μm de espesor de vidrio y elevada relación de aspecto (100 mm de longitud), utilizando la técnica de Sixtus-Tonks (apartado 2.4.3). El trabajo ha sido realizado en colaboración con el doctor R. Varga de la Universidad Pavol Jozef Šafárik de Košice, Eslovaquia.

Antes de pasar al análisis de resultados, y de cara a situar al lector, se hará un breve resumen algunos de los modelos que se encuentran en la literatura para describir el movimiento de una pared de dominio magnética. Se puede encontrar una descripción más detallada en [20].

4.2 Modelos para el movimiento de la pared

Teniendo en cuenta que toda pared de dominio presenta inercia, su ecuación de movimiento puede plantearse de manera análoga a la de un oscilador armónico amortiguado y forzado. Para una pared de 180° como la que nos ocupa se puede escribir [21]:

$$m \frac{d^2x}{dt^2} + \beta \frac{dx}{dt} + kx = 2\mu_0 M_s H(t) \quad (4.1)$$

donde m es la masa efectiva de la pared, x describe su posición, β es el coeficiente de amortiguamiento viscoso que representa una resistencia al avance debida a imperfecciones, k es una constante recuperadora elástica, M_s es la imanación de saturación y el miembro de la derecha es la fuerza externa debida al campo magnético aplicado $H(t)$. Si H es constante durante la propagación de la pared y además esta se mueve a velocidad constante ($dx^2/dt^2=0$), la expresión (4.1) conduce a:

$$v = S(H - H_0) \quad (4.2)$$

donde H_0 es el campo de propagación crítico y S es la movilidad de la pared que viene dada por:

$$S = \frac{2\mu_0 M_s}{\beta} \quad (4.3)$$

Este sencillo análisis aparece prácticamente en todos los libros de magnetismo y la dinámica lineal definida por la ecuación (4.2) se observa experimentalmente en buen número de sistemas, incluidos los microhilos magnéticos. En estas condiciones experimentales (régimen viscoso), la expresión (4.3) informa acerca de las fuentes de amortiguamiento presentes en el sistema [22]. En el siguiente apartado se presentarán resultados que servirán para discutir ampliamente sobre la importancia relativa y el control de estos mecanismos.

No obstante, la situación general es más compleja ya que la dependencia lineal $v(H)$ característica del régimen viscoso es un modelo simplificado que es válido solo en un determinado rango de campo magnético aplicado. De esta forma, en algunas ocasiones se obtienen campos de propagación H_0 negativos cuando se extrapola la ecuación (4.2) [16],[23]. Estos resultados, que implicarían poder desplazar la pared en ausencia de campo, indican que las condiciones de movimiento deben modificarse al disminuir el campo H por debajo de un determinado umbral. Así ocurre, por ejemplo, en algunos experimentos realizados en microhilos [24],[25]. En estos casos se observa (ver Figura 4.1(a)) una desviación del comportamiento lineal (curva azul) si se fuerza localmente el desenganche de la pared. En este régimen de bajo campo, la dinámica de la pared puede ser descrita por una ley de escala del tipo [26]:

$$v = S^* (H - H_0^*)^q \quad (4.4)$$

donde S^* es un parámetro de movilidad efectiva, H_0^* es el campo coercitivo dinámico y q es un exponente que de acuerdo a [26] debe verificar $q \rightarrow 1/2$ a temperatura ambiente.

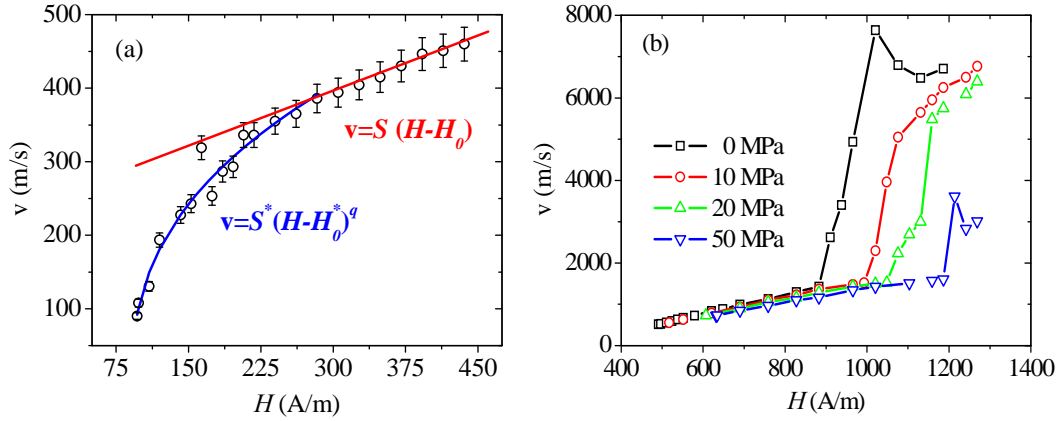


Figura 4.1 (a) Desviación del comportamiento lineal de la velocidad de la pared de dominio en la región de bajo campo para un microhilo de $\text{Fe}_{77.5}\text{Si}_{7.5}\text{B}_{15}$. Las curvas roja y azul representan, respectivamente, un ajuste de acuerdo a las ecuaciones (4.2) y (4.4) (Fuente: [24]). (b) Dependencia de la velocidad de la pared de dominio con el campo magnético en un microhilo de $\text{Fe}_{36}\text{Co}_{40}\text{Si}_{11.1}\text{B}_{12.9}$. Tensión axial como parámetro (Fuente: [17]).

La ecuación (4.4) define un régimen de movimiento adiabático porque su origen físico parece estar en una sucesión de desplazamientos discontinuos [24]: en presencia de una fuerza magnética $2\mu_0 M_s H$ de reducida intensidad, la energía de la pared es tan baja que la distribución de defectos en el hilo logra anclarla fuertemente, modifica su forma [27] y origina un movimiento intermitente. El cambio de forma que se observa en la f.e.m. inducida en el sistema de detección por el paso de una pared a bajo campo corrobora esta afirmación [24].

Tampoco se cumplen las condiciones de validez de la expresión (4.2) (movimiento a velocidad constante de una pared con distribución homogénea de la imanación) si se aplican campos magnéticos suficientemente intensos. La Figura 4.1(b) es un claro ejemplo de lo que puede suceder en este caso. Para una tensión axial dada, la curva $v(H)$ presenta tres regiones: una parte lineal inicial con movilidad moderada, seguida de una zona en la que la velocidad aumenta mucho (bastante por encima de 10^3 m/s) y finalmente una caída brusca para los campos H más intensos. Como ya se ha comentado, se piensa que un posible origen del cambio de pendiente puede ser que la estructura de la pared cambie de tipo transversal a tipo vórtice. Argumentos a favor son que la pared en microhilos es de tipo transversal a bajo campo. Es una pared con polos que pueden frenarla al interactuar con la corteza de dominios radial presente en estos hilos. Por otro lado, la estructura tipo vórtice es también factible en hilos, pero requiere más energía por lo que aparecería a campos más elevados. Además, esta pared no forma polos y es más rápida [14],[28]. La existencia de una velocidad pico en la Figura 4.1(b) se puede interpretar en términos del límite de Walker [11],[12] a partir del cual la propagación de la pared de dominio deja de ser de tipo estacionario. Por otro lado, la evolución de las curvas $v(H)$ con la tensión indica el importante papel que parece tener la competencia entre anisotropías de cara a conseguir velocidades tan elevadas como las que aparecen en este caso extremo.

4.3 Amortiguamiento por relajación estructural

4.3.1 Influencia de la frecuencia de medida

En el primer experimento se va a analizar el comportamiento en frecuencia del campo de inversión o de *switching* H_{sw} . El objetivo es mostrar cualitativamente la presencia de relajación estructural en los microhilos de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ analizados en este capítulo, así como encontrar las condiciones óptimas para los posteriores experimentos de propagación de la pared en los que sí se analizará de manera cuantitativa la importancia y el control de este fenómeno.

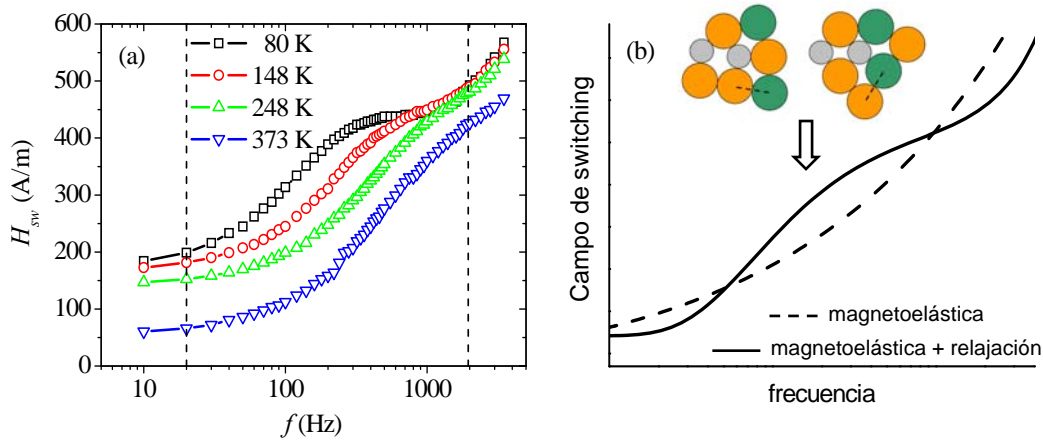


Figura 4.2 (a) Campo de *switching* H_{sw} en función de la frecuencia f del campo magnético aplicado. Temperatura como parámetro. Las líneas discontinuas señalan las frecuencias correspondientes a los estados relajado ($f=20$ Hz) y no relajado ($f=2$ kHz). (b) Esquema de la influencia de la relajación estructural en el comportamiento de H_{sw} a baja temperatura. La curva discontinua representa una contribución magnetoelástica $\propto f^{1/3}$, mientras que la curva continua incluye un término de relajación (ecuación 4.5) debido a reordenamientos atómicos como los representados esquemáticamente en el *inset*.

La dependencia del campo de inversión con la frecuencia f del campo magnético aplicado se muestra en la Figura 4.2(a) para varias temperaturas (nótese la escala semilogarítmica). El incremento monótono de H_{sw} para las temperaturas más elevadas (248 y 373 K) se puede justificar en términos de una dependencia proporcional a $f^{1/3}$ como la obtenida en [29] resolviendo la ecuación de movimiento de la pared. Sin embargo, esta contribución magnetoelástica no explica el punto de inflexión que aparece progresivamente entre 200 Hz y 2 kHz al reducir la temperatura (148 y 80 K). Esta desviación es característica de un proceso de *after-effect* magnético originado, en este caso, por la relajación de la estructura amorfa. Este fenómeno es consecuencia del estado metaestable intrínseco de los microhilos amorfos, hace que la estructura atómica pueda relajarse incluso a bajas temperaturas y afecta a casi todas sus propiedades físicas [30]. El origen de la relajación son procesos de difusión atómica, reorientaciones de defectos móviles (representados en el *inset* de la Figura 4.2(b)) que al

interaccionar con las paredes de dominio producen un aumento de la anisotropía local. Este tipo de desplazamientos están gobernados por una frecuencia de relajación y son fuertemente dependientes de la temperatura.

La contribución al mecanismo de *switching* debida a los reordenamientos locales de la estructura amorfa ha sido recientemente estudiada [31]. Asumiendo que el proceso de relajación está gobernado por una única frecuencia de relajación y que la energía térmica KT es mayor que la separación energética entre dos posiciones de un defecto móvil [32], este campo magnético adicional viene dado por:

$$H_{sw}(T, f) \propto \frac{1}{\mu_0 M_S} \frac{\varepsilon_p^2 c_p}{KT} (1 - e^{-f_r/2f}) \quad (4.5)$$

donde c_p denota la densidad de defectos móviles, ε_p es su energía de interacción con la imanación espontánea, T es la temperatura de medida, f es la frecuencia del campo magnético aplicado y $f_r = f_0 e^{Q/KT}$ es la frecuencia de relajación de los defectos móviles: una exponencial de Debye, donde f_0 es un factor pre-exponencial y Q es la energía de activación.

Como se ejemplifica en la Figura 4.2(b), al incluir un término de este tipo se describe adecuadamente el comportamiento de H_{sw} observado a baja temperatura. Además, la ecuación (4.5) explica tanto el incremento de la frecuencia de relajación como la disminución en la amplitud de la misma que aparecen en la Figura 4.2(a) a medida que aumenta la temperatura de medida. Por último, se pueden identificar en esta figura dos frecuencias del campo magnético importantes de cara a mostrar el efecto de la relajación estructural (señaladas con línea discontinua en la Figura 4.2(a)): $f=20$ Hz (estado relajado), donde la relajación es apreciable y $f=2$ kHz (estado no relajado) donde este *after-effect* es ya apenas relevante.

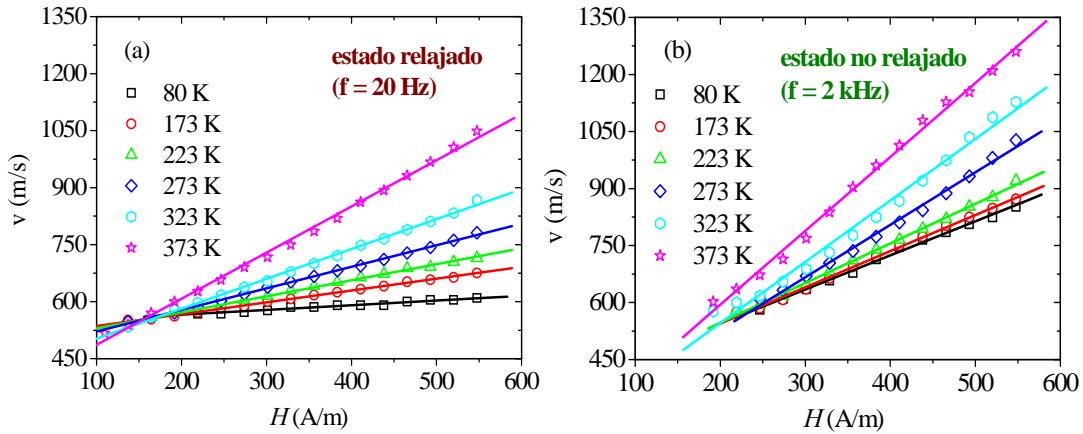


Figura 4.3 Velocidad de la pared de dominio en función de la intensidad del campo magnético aplicado. Temperatura como parámetro. (a) estado relajado ($f=20$ Hz). (b) estado no relajado ($f=2$ kHz). Las líneas continuas representan un ajuste lineal de acuerdo a la ecuación (4.2).

4.3 Amortiguamiento por relajación estructural

La propagación de la pared de dominio presente en estos hilos ricos en Fe, responsable de su mecanismo de *switching*, debe verse también afectada por la presencia de relajación estructural en el material. La dependencia de la velocidad de la pared con el campo magnético aplicado se presenta en la Figura 4.3 para las dos frecuencias de campo magnético correspondientes a los estados relajado y no relajado. En ambos casos la dinámica $v(H)$ es lineal en todo el intervalo de temperaturas considerado de acuerdo a la ecuación (4.2). Los valores máximos de la velocidad no son excesivamente elevados (entorno a 1000-1300 m/s dependiendo de la frecuencia), pero llama la atención la diferencia entre las pendientes de los dos estados que, de acuerdo a la expresión (4.3), implica un amortiguamiento β mucho mayor en el caso del estado relajado ($f=20$ Hz), Figura 4.3(a).

Antes de explicar esta diferencia de comportamiento, conviene tener claros los tipos de amortiguamiento esperables en el sistema, tal y como se comentó en el apartado 4.2. Dos de ellos se aceptan de manera general: las micro corrientes de eddy o de Foucault que circulan alrededor de una pared de dominio en movimiento son la causa más obvia de pérdidas en metales. No obstante, el correspondiente coeficiente de amortiguamiento, β_e , es despreciable en materiales de elevada resistividad como los microhilos amorfos [33], que además tienen un diámetro muy pequeño. La segunda causa bien establecida de disipación de energía es la relajación magnética originada por la rotación retardada de los espines. Este término, β_m , puede relacionarse con el parámetro de amortiguamiento intrínseco α de Gilbert [34] y es inversamente proporcional a la anchura de la pared δ_w :

$$\beta_m \approx \alpha M_s / \gamma \delta_w \approx M_s \sqrt{K/A} \quad (4.6)$$

donde A es la constante de canje, K es la energía de anisotropía magnética (magnetoelástica: $K=3\lambda_s\sigma/2$ en el caso de los microhilos amorfos), $\lambda_s \approx 10^{-5}$ es la magnetostricción de saturación y $\sigma \propto (\alpha_g - \alpha_m) \Delta T$ son las tensiones mecánicas provocadas por los diferentes coeficientes de expansión térmica del Pyrex, α_g , y del núcleo metálico, α_m .

En el caso de los microhilos amorfos, ninguna de las contribuciones anteriores consigue explicar la dependencia térmica del amortiguamiento de la pared de dominio [16],[35]. Este hecho motivó en [16] la introducción de un tercer mecanismo β_s debido a la relajación estructural que obedece a una expresión similar a la ecuación (4.5):

$$\beta_s(T, f) \propto \frac{\varepsilon_p^2 c_p}{f_r K T} (1 - e^{-f_r/2f}) \quad (4.7)$$

Por lo tanto, si se desprecia la contribución de las corrientes de eddy, el amortiguamiento total β de la pared de dominio en microhilos puede en general expresarse como suma de relajación magnética y estructural:

$$\beta = \beta_m + \beta_s \quad (4.8)$$

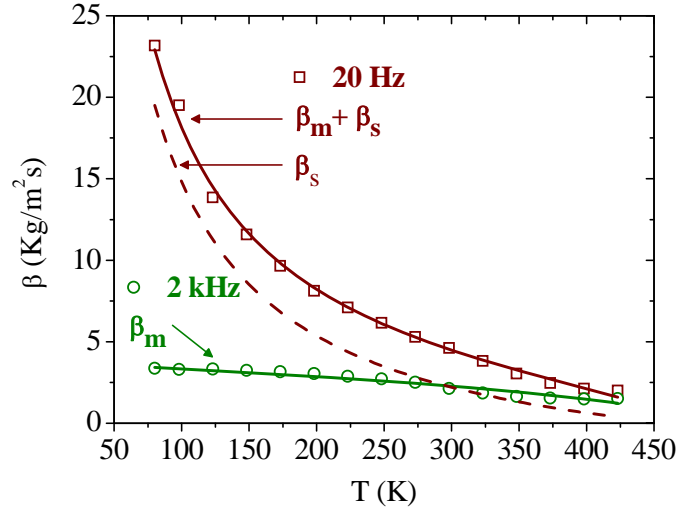


Figura 4.4 Dependencia térmica del amortiguamiento total β de la pared de dominio para los estados relajado ($f=20\text{ Hz}$) y no relajado ($f=2\text{ kHz}$). Las líneas representan un ajuste de acuerdo a las contribuciones señaladas (ecuaciones (4.6) y (4.7)).

La dependencia térmica del amortiguamiento total β , obtenida analizando la dinámica lineal de la Figura 4.3 en términos de la ecuación (4.3), se presenta en la Figura 4.4 para las frecuencias correspondientes a los estados relajado y no relajado. En primer lugar, se observa que para una frecuencia de medida baja (estado relajado, $f=20\text{ Hz}$) la relajación magnética β_m no describe la dependencia térmica de β : el pequeño cambio de resistividad ($\Delta\rho\approx 4\%$ en el mismo intervalo de temperaturas) no puede ser la causa del aumento del amortiguamiento en un orden de magnitud y, además, su dependencia con T (ecuación (4.6)) no justifica el brusco aumento a baja temperatura. Es necesario considerar la suma del amortiguamiento debido a la relajación estructural y magnética (ecuación (4.8), línea continua en la Figura 4.4) para explicar el comportamiento de β en este estado relajado: la relajación estructural β_s (línea discontinua) predomina a bajas temperaturas, pero también existe una clara presencia de relajación magnética β_m . La componente β_s del amortiguamiento aumenta al reducir la temperatura ya que los defectos pierden su movilidad, incrementan la anisotropía local y se convierten en centros de anclaje más fuertes para la pared de dominio [16]. Conviene además resaltar que β aumenta en más de un orden de magnitud para el estado relajado al disminuir la temperatura de 432 a 80 K, esto es seis veces más que lo reportado en [16] para una composición similar sin P. Probablemente este hecho sea debido a la elevada *glass-forming ability* de la aleación FeSiBP aquí considerada [19], ya que esta propiedad está relacionada con procesos de movilidad atómica [36], de los que la relajación estructural es un claro ejemplo. La situación cambia radicalmente al incrementar la frecuencia del campo magnético aplicado y pasar al estado no relajado ($f=2\text{ kHz}$): el amortiguamiento total β es mucho menor, y no depende tanto de la

4.3 Amortiguamiento por relajación estructural

temperatura, ya que la relajación magnética β_m es ahora el mecanismo dominante en la propagación de la pared de dominio.

El campo de propagación crítico H_0 presenta un comportamiento similar con la frecuencia (Figura 4.5): Es siempre negativo para los dos estados, un resultado común en microhilos amorfos [20],[35], pero es mucho más sensible a la temperatura para una frecuencia de medida baja (estado relajado, $f=20$ Hz). El resultado es similar al obtenido en [37] y su explicación es la misma que antes: de acuerdo a la ecuación (4.1) H_0 depende de la forma particular del potencial energético en el que se propaga la pared de dominio, que está compuesto por una contribución magnetoelástica y otra debida a la relajación estructural fuertemente dependiente de T [38].

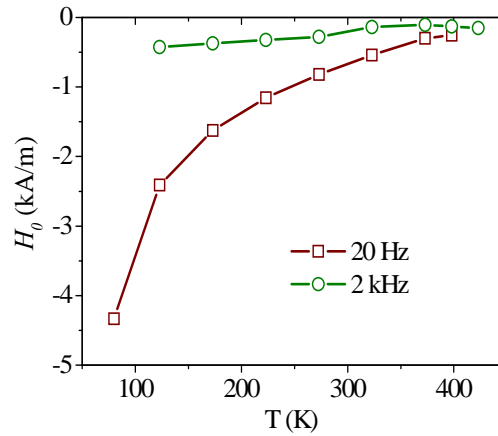


Figura 4.5 Dependencia térmica del campo de propagación crítico H_0 para los estados relajado ($f=20$ Hz) y no relajado ($f=2$ kHz).

El origen de la diferencia de comportamiento entre los estados relajado y no relajado se explica esquemáticamente en la Figura 4.6. Se debe tener en cuenta que la relajación estructural es un fenómeno dependiente del tiempo (frecuencia) de acuerdo a la ecuación (4.7), y como tal hay varias constantes de tiempo involucradas en su respuesta [39]: el tiempo de relajación intrínseco de los defectos móviles $\tau_r (=1/f_r)$ y el tiempo disponible para medir la relajación t_m ($\propto 1/f$), que depende de la frecuencia f de medida. Por lo tanto, el comportamiento global va a estar determinado por el balance entre estos tiempos. Debido a las características del dispositivo experimental empleado [40], la propagación de la pared de dominio (representada por los dos pulsos de voltaje inducido $\varepsilon(t)$ en la Figura 4.6) se observa casi inmediatamente después del cambio de sentido del campo magnético aplicado. Cuando la pared de dominio se mueve a través del material interacciona con los defectos móviles, los redistribuye y deja una anisotropía local aleatoria. Después del paso de la pared, el campo magnético $H(t)$ se mantiene todavía constante durante un tiempo t_m (ver Figura 4.6) durante el cual la estructura de dominios puede

estabilizarse antes de que el campo magnético se invierta de nuevo, la pared se propague en sentido opuesto y se repita el ciclo de medida.

Por lo tanto, cuando la frecuencia del campo magnético es baja (estado relajado, $f=20$ Hz) el tiempo de medida es mayor que el de relajación ($t_m > \tau_r$). Ocurre entonces que la estructura de dominios tiene tiempo suficiente para relajarse, incrementándose la anisotropía local inducida. De hecho, la dependencia de la dinámica de la pared con la frecuencia (Figura 4.7(a)) muestra una movilidad baja en este caso. Sin embargo, cuando la frecuencia del campo es lo suficientemente elevada (estado no relajado, $f=2$ kHz) la situación es la opuesta: $t_m < \tau_r$. Ahora la estructura de dominios no dispone del tiempo necesario para relajarse y por tanto la anisotropía local inducida es baja, con lo que la movilidad de la pared aumenta (Figura 4.7(a)).

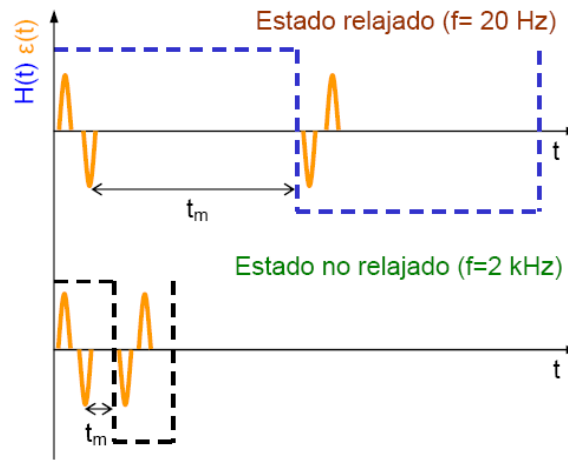


Figura 4.6 Esquema de la propagación de la pared de dominio en el estado relajado y no relajado. $H(t)$ es el campo magnético aplicado, constante durante la propagación de la pared. $\varepsilon(t)$ representa el voltaje inducido en las bobinas de detección debido al paso de la pared de dominio. Para cada estado, t_m indica el tiempo disponible para medir la relajación.

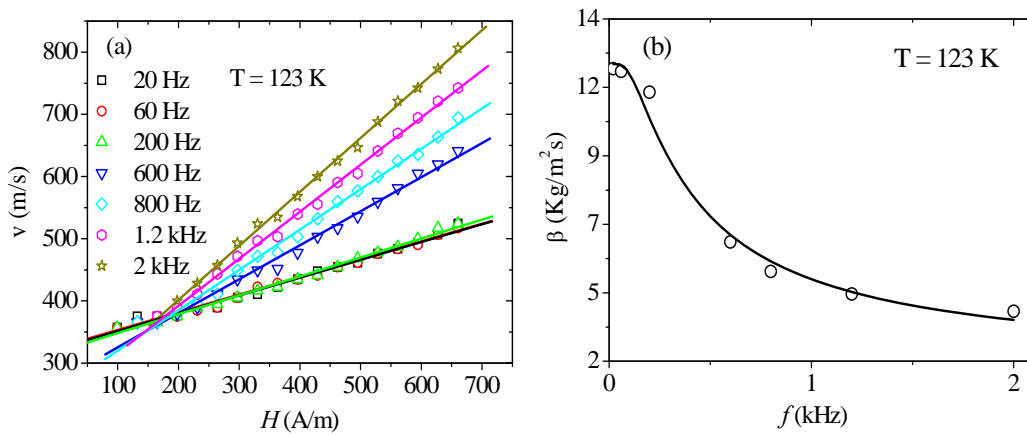


Figura 4.7 (a) Velocidad de la pared de dominio en función de la intensidad del campo magnético aplicado para una temperatura de 123 K. Frecuencia como parámetro. Las líneas continuas representan un ajuste lineal de acuerdo a la ecuación (4.2). (b) La correspondiente dependencia con la frecuencia del amortiguamiento total β de la pared de dominio. La línea continua representa un ajuste exponencial (ecuación (4.7)).

4.3 Amortiguamiento por relajación estructural

El experimento que finalmente confirma todo el razonamiento anterior, es decir la importante presencia de una componente β_s del amortiguamiento originada por la relajación estructural, es la dependencia del coeficiente de amortiguamiento β con la frecuencia. Los resultados se muestran en la Figura 4.7(b) para una temperatura baja (123 K) donde este efecto es dominante. Se observa un decaimiento exponencial característico de acuerdo a la ecuación (4.7). Las pequeñas desviaciones deben ser adscritas a que se ha asumido un único tiempo de relajación τ_r , mientras que de manera general la relajación es un fenómeno que se interpreta en términos de una distribución de probabilidad de tiempos de relajación [30]

Como conclusión de este apartado, se ha demostrado que la relajación estructural es un mecanismo efectivo para manipular una pared de dominio magnética en microhilos ya que permite controlar su amortiguamiento hasta en un orden de magnitud a través de la anisotropía local inducida. El efecto de la relajación disminuye al aumentar la temperatura y la frecuencia, reflejando en este último caso el balance entre la frecuencia intrínseca de relajación de los defectos móviles y la frecuencia de excitación. Este mecanismo de amortiguamiento puede ser inducido de manera reversible (el caso aquí presentado) o irreversible (i.e. mediante recocidos en presencia de campo magnético o de tensión) incluso en aleaciones cristalinas [41] como las empleadas ampliamente en aplicaciones basadas en nanohilos [8],[10],[11]. No obstante, la relajación es un proceso demasiado lento para la mayoría de las aplicaciones comerciales y que se trata de evitar, al menos a temperatura ambiente [22].

4.3.2 Influencia de tratamientos térmicos

Una vez vista la importancia del amortiguamiento debido a la relajación de la estructura amorfa, se va a estudiar en profundidad como influye este mecanismo en las características $v(H)$ de la pared de dominio. Para ello, las muestras serán sometidas a un tratamiento térmico adecuado. La Figura 4.8(a) muestra la dependencia térmica de la imanación de saturación para los microhilos de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ considerados en este capítulo. El comportamiento es el típico de un amorfo ferromagnético y se pueden identificar claramente las temperaturas de Curie ($T_C=715$ K) y de cristalización ($T_X=818$ K), que coinciden con las reportadas para aleaciones amorfas basadas en Fe de similar composición [42],[43]. Teniendo en cuenta estos valores, se va a tratar la muestra a una temperatura $T_a=473$ K (inferior a la de Curie) durante 1h en atmósfera de He, ya que es bien sabido que este tipo de tratamientos ($T_a < T_C$) originan una estabilización de la estructura de dominios y una disminución en la densidad de defectos móviles [35],[44] (i.e. el coeficiente c_p en las ecuaciones 4.5 y 4.7). Por lo tanto, cabe esperar que el efecto de la relajación estructural sea inferior en la muestra tratada. En efecto, esto es lo que se puede observar en la Figura 4.8(b) donde se muestra el comportamiento del campo de *switching* con la frecuencia medido a una temperatura baja ($T=123$ K): el tratamiento térmico origina, además de

la relajación de las tensiones internas, una clara disminución del cambio de curvatura que, de acuerdo a lo comentado al principio del apartado anterior, implica una reducción sustancial en la amplitud de la relajación estructural.

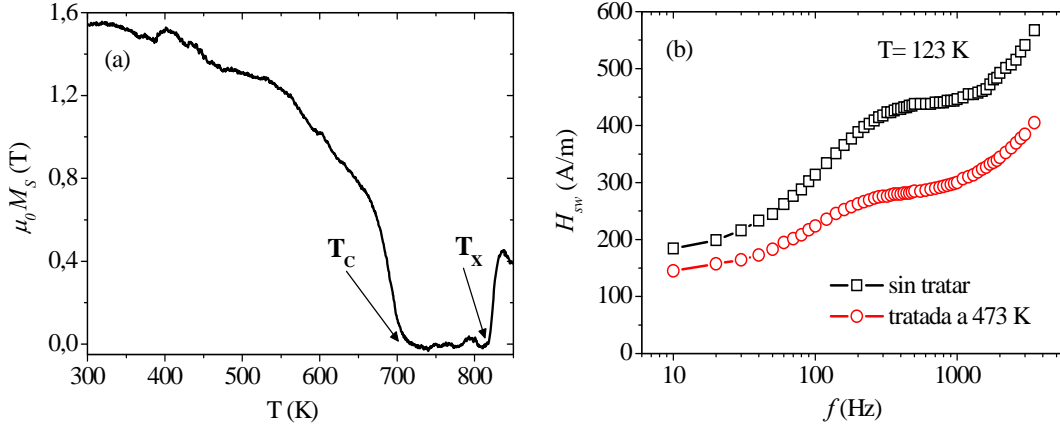


Figura 4.8 (a) Dependencia térmica de la imanación de saturación para los microhilos de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ considerados en este capítulo. La velocidad de calentamiento es de 10 K/min. (b) Dependencia del campo de *switching* H_{sw} con la frecuencia del campo magnético aplicado medida a 123 K para la muestra sin tratar y tratada a 473 K en atmósfera de He durante 1 h.

De nuevo, lo más interesante es estudiar que le ocurre a la propagación de la pared de dominio. Las curvas $v(H)$ obtenidas a 123 K para la muestra tratada a T_a se muestran en la Figura 4.9(a) en función de la frecuencia de medida. La dinámica presenta ahora una estructura más compleja: no es lineal para $f > 800$ Hz en el mismo rango de campos H aplicados en el que si lo era para la muestra sin tratar (compárese con la Figura 4.7(a)). En general se puede decir que aparecen dos regiones separadas por un campo umbral: una zona de movilidad baja para los campos H menos intensos y una región a alto campo con movilidad más elevada (en la que la velocidad aumenta mucho más que en la muestra sin tratar). Además, el valor del campo umbral H_t en el que termina la dinámica lineal a bajo campo disminuye al aumentar la frecuencia tal y como se puede observar en la Figura 4.9(b).

Este comportamiento es el que de manera general cabe esperar para una pared de 180° en un material que presenta, además de amortiguamiento intrínseco (ecuación (4.6)), un proceso de *after-effect* magnético como la relajación estructural. El fenómeno ha sido estudiado teóricamente en un caso típico como es la difusión de C en un cristal de Fe [22],[45],[46]. Las curvas $v(H)$ en este caso son como la mostrada en línea continua en la Figura 4.9(c) [45]: Para campos bajos la velocidad sigue la curva 2 de movilidad baja determinada por el mecanismo de *after-effect* (un régimen difusivo), pero llega un momento en el que la velocidad de la pared aumenta lo suficiente como para que esta consiga despegarse de la nube de defectos causantes del *after-effect*. A partir de entonces la dinámica tiende al comportamiento dado por la curva 1 en la que domina el amortiguamiento intrínseco α y que presenta una movilidad superior

4.3 Amortiguamiento por relajación estructural

(régimen viscoso). Estos dos regímenes están separados por un umbral, $(h_3^*, v^*(h_3^*))$ en el que la frecuencia de precesión de los espines se hace igual al inverso del tiempo de relajación $1/\tau_r$ de los defectos. Aunque no se trate del mismo sistema, el comportamiento anterior es muy similar al medido para el microhilo de FeSiBP tratado a 473 K y describe adecuadamente los resultados experimentales. La curva representada en la Figura 4.9(c) corresponde a un coeficiente de amortiguamiento intrínseco $\alpha=0.5$, mientras que para microhilos amorfos α es al menos un orden de magnitud inferior [47]. La evolución de las curvas $v(H)$ en función del valor de α se presenta en la Figura 4.9(d) [22].

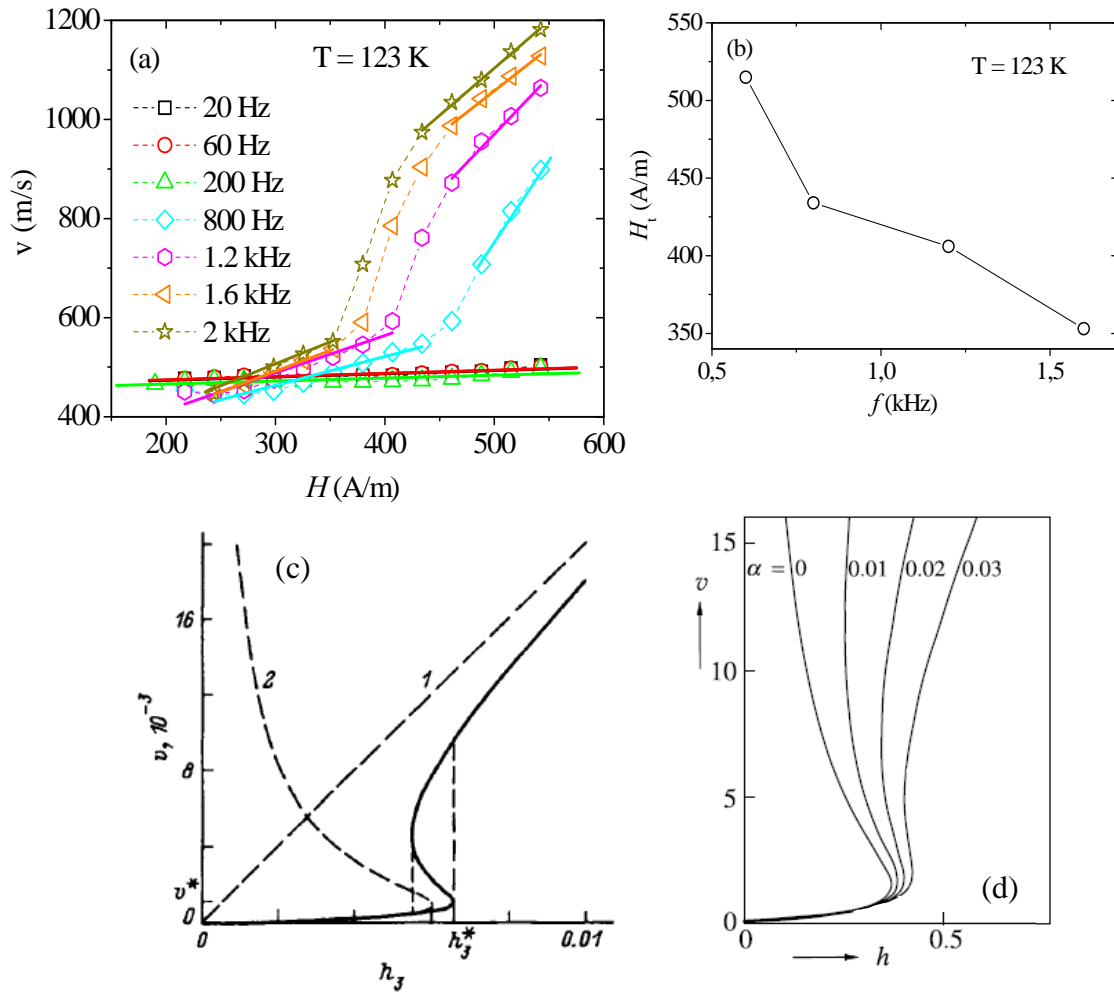


Figura 4.9 (a) Velocidad de la pared de dominio de la muestra tratada a 473 K en función de la intensidad del campo magnético aplicado para una temperatura de medida de 123 K. Frecuencia como parámetro. Las líneas continuas representan un ajuste lineal de acuerdo a la ecuación (4.2). (b) La correspondiente dependencia del campo umbral H_t con la frecuencia de medida. (c) Velocidad de una pared de dominio de 180° en un cristal cúbico en presencia de *after-effect* para un amortiguamiento intrínseco $\alpha=0.5$. La línea 1 representa el efecto del amortiguamiento intrínseco y la línea 2 la contribución del mecanismo de *after-effect* (Fuente: [45]) (d) Velocidad de una pared de dominio de 180° en un cristal cúbico en presencia de *after-effect* en función del coeficiente de amortiguamiento intrínseco α (Fuente [22]).

La pregunta es entonces evidente: ¿Por qué aparecen los dos regímenes en la muestra tratada a 473 K y no en la muestra sin tratar?. Debido a limitaciones del dispositivo experimental [35] el campo magnético máximo aplicado es $H_{max} \approx 800$ A/m. En el caso de la muestra sin tratar (Figura 4.7(a)) la relajación estructural en el material es importante, de manera que H_{max} no es suficientemente intenso para superar el umbral y la pared se mantiene en el régimen de baja velocidad dado por la curva 2 de la Figura 4.9(c). Por el contrario, se ha visto que al tratar la muestra el efecto de la relajación disminuye bastante [44]. El campo H_{max} es ahora suficiente para traspasar el umbral ($H_c=350-550$ A/m dependiendo de la frecuencia, ver Figura 4.9(b)), de manera que se hace visible el comportamiento general (la curva continua de la Figura 4.9(c): régimen difusivo y viscoso) en el que existe una zona de mayor movilidad a alto campo donde domina cada vez más el amortiguamiento intrínseco.

La dependencia con la frecuencia de los resultados experimentales de la Figura 4.9(a) es nuevamente consecuencia del efecto de la relajación estructural y su explicación encaja perfectamente con lo comentado en el apartado anterior: La relajación presenta su mayor intensidad a temperatura y frecuencias bajas. Por ello las curvas $v(H)$ no levantan para las frecuencias más bajas (estado relajado, $f < 800$ Hz). Por encima de esta frecuencia si se observa el comportamiento general ya que la relajación va perdiendo progresivamente intensidad (estado no relajado), hecho que se refleja en la disminución del valor del campo umbral (ver Figura 4.9(b)). En cuanto al amortiguamiento β en las dos regiones (regímenes difusivo y viscoso), se ha estimado considerando los correspondientes ajustes lineales señalados en la Figura 4.9(a). Los resultados se muestran en la Figura 4.10. Tal y como cabía esperar, el amortiguamiento es siempre menor en la zona de alto campo (régimen viscoso) y, además, este régimen gana peso relativo a frente al difusivo de relajación estructural a medida que aumenta la frecuencia de medida.

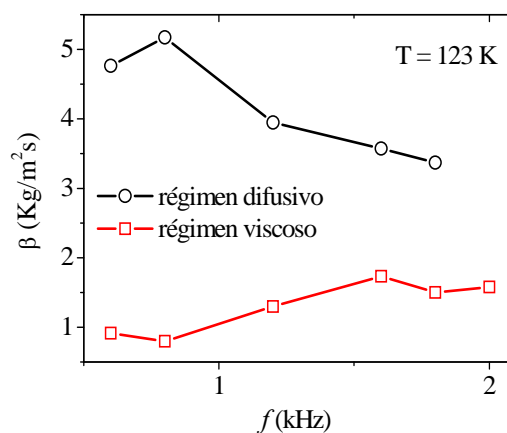


Figura 4.10 Dependencia con la frecuencia del amortiguamiento total β de la pared de dominio medido a 123 K para los dos regímenes (difusivo y viscoso) que aparecen en la muestra tratada a 473 K. Los resultados se han obtenido a partir de los correspondientes ajustes señalados en la Figura 4.9(a).

4.4 Propagación en presencia de campo transversal

En este apartado se ha presentado la influencia de la relajación estructural en la dinámica de la pared de dominio de un microhilo tratado térmicamente por debajo de la temperatura de Curie. La disminución en la densidad de defectos originada por el tratamiento afecta sustancialmente a la propagación de la pared, de manera que se hace visible el comportamiento general esperado para un material con un proceso de *after-effect*: un régimen difusivo de movilidad baja fuertemente afectado por la relajación estructural que, a medida que se aumenta el campo y la pared supera el correspondiente pozo de potencial, tiende de manera progresiva a una zona de movilidad más elevada en la que domina el amortiguamiento intrínseco.

4.4 Propagación en presencia de campo transversal

En este cuarto y último punto se trataa un aspecto diferente de la propagación de una pared de dominio en un microhilo biestable: el régimen de velocidades elevadas. En los experimentos anteriores las velocidades máximas han sido siempre relativamente bajas (del orden de 10^3 m/s, límite de Walker), pero recientemente se han reportado en estos sistemas velocidades que exceden con mucho este valor (superiores a 5×10^3 m/s) y dependencias $v(H)$ esencialmente no lineales [17],[18],[20]. El origen de estas dinámicas tan rápidas es controvertido: algunos autores piensan que son debidas a una modificación en el mecanismo de *switching* que involucraría la propagación de múltiples paredes de dominio [18],[49], y otros mantienen la idea de que lo que sucede es un cambio en la estructura de la pared [48].

Para tratar de aclarar este aspecto se han realizado experimentos de propagación en presencia de campo transversal, un mecanismo conocido para controlar la velocidad de una pared de dominio [49],[50]. Se han empleado para ello microhilos de FeSiBP con la misma composición y dimensiones que hasta ahora, pero que presentaron velocidades mucho más elevadas en el mismo rango de campos H . Además, se ha prestado especial cuidado para garantizar que las condiciones experimentales no impliquen nucleación en el centro del hilo [40] y de esta forma evitar el comportamiento descrito en [18],[49]. El campo magnético total o efectivo H_{eff} en estos experimentos es suma de un campo axial H_a de frecuencia 10 Hz y de un campo transversal H_t de amplitud constante (ver Figura 4.11).

La dinámica de la pared en presencia únicamente de campo magnético axial H_a se muestra en la Figura 4.12. Tal y como se ha observado previamente [48], se pueden distinguir dos zonas: a bajo campo ($H_a < 300$ A/m), la pared presenta un campo de propagación crítico H_0 negativo y una movilidad baja (como en apartados anteriores). Por el contrario, para $H_a > 300$ A/m aparece una región de velocidad más alta con un campo crítico H_0 positivo y elevada movilidad. Estos dos regímenes pueden ser atribuidos a estructuras diferentes de la pared de dominio: vórtice o transversal. Una pared de de tipo vórtice es más rápida que una transversal

[14],[28] y, al no presentar polos, no va a interaccionar con la estructura de dominios superficial con imanación transversal existente en los microhilos biestables. Por otro lado, esta pared tiene una estructura más complicada, mayor energía de canje y es preferible a la transversal en hilos gruesos [51].

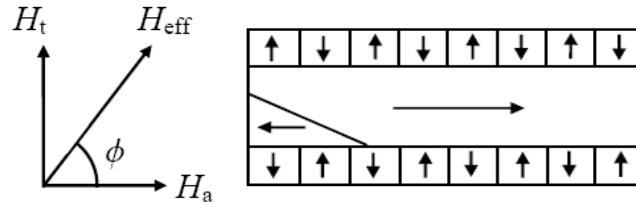
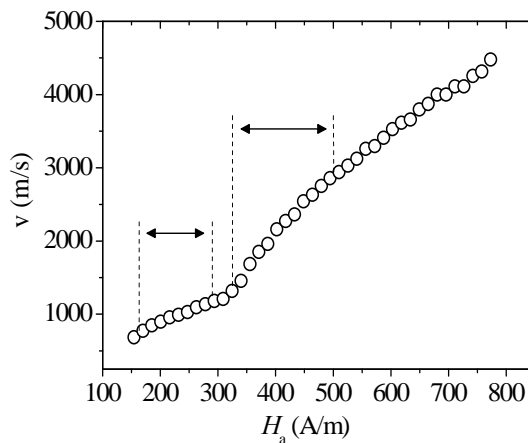


Figura 4.11 Esquema de los experimentos realizados en presencia de campo magnético transversal. La suma del campo axial H_a y del transversal H_t es el campo magnético efectivo H_{eff} que actúa sobre la pared



de dominio, forzando su propagación. El campo H_{eff} forma un ángulo ϕ con el eje del microhilo.

Figura 4.12 Velocidad de la pared de dominio en función de la intensidad del campo magnético axial H_a . Las flechas señalan los dos regímenes $v(H)$ que se van a considerar en los experimentos.

Debido a las anisotropías radiales y transversales características de un microhilo amorfo, la pared de dominio esperable a campos bajos es de tipo transversal [42]. Pero teniendo en cuenta que al incrementar el campo H_a el tamaño del monodominio axial aumenta y que el cambio de sentido del campo aplicado es muy abrupto en los experimentos, puede ocurrir que se esté nucleando un nuevo dominio de cierre en un extremo del hilo en lugar de desengancharse el ya existente. En estas condiciones, puede suceder que aparezca una pared de tipo vórtice en la zona de alto campo. El hecho de que la velocidad de la pared aumente bastante en esa región (ver Figura 4.12) y de que H_0 sea mucho más intenso apoya este cambio de estructura. Por otro lado, las simulaciones micromagnéticas muestran que cuando se nuclea una pared con una determinada estructura, su configuración se mantiene durante el movimiento [51].

En lo que sigue se va a distinguir entre estos dos regímenes de la dinámica de la pared. Para ello, se seleccionarán dos amplitudes del campo magnético efectivo H_{eff} y se analizará la dependencia de la velocidad de la pared con el ángulo ϕ (ver Figura 4.11).

4.4 Propagación en presencia de campo transversal

Para estudiar el régimen en el que la pared se supone de tipo transversal se ha fijado H_{eff} en 250 A/m. La dependencia de la velocidad de la pared de dominio con el ángulo ϕ entre H_{eff} y H_a se muestra en la Figura 4.13(a) (círculos rojos). La máxima velocidad se obtiene cuando H_{eff} es paralelo al eje del hilo ($\phi=0^\circ$) y disminuye de manera monótona al rotar el campo fuera del eje del hilo. Este resultado está en desacuerdo con el análisis teórico presentado en [52], donde la pared de dominio tiene que ser nucleada por el campo magnético. Por el contrario, en un microhilo la pared transversal ya existe y el campo aplicado tan solo influye en su propagación. Por lo tanto, el papel más importante de H_{eff} lo debe jugar su componente axial. Así lo demuestran los cuadrados negros de la Figura 4.13(a), que representan la velocidad obtenida a partir de la Figura 4.12 cuando solo se aplica la correspondiente componente axial de H_{eff} . Las dos curvas (roja y negra) coinciden y muestran que el efecto de rotar H_{eff} es simplemente el de reducir su componente axial.

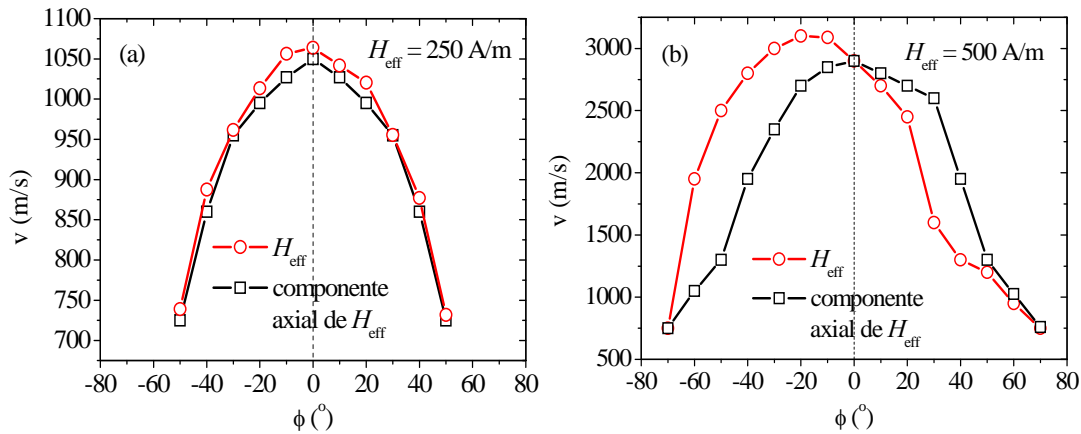


Figura 4.13 Dependencia de la velocidad de la pared de dominio con el ángulo ϕ que forma H_{eff} con H_a (ver Figura 4.11). (a) Régimen en la que la pared se supone de tipo transversal ($H_{\text{eff}} = 250$ A/m). (b) Régimen en la que la pared se supone de tipo vórtice ($H_{\text{eff}} = 500$ A/m).

La situación cambia por completo cuando se incrementa la amplitud de H_{eff} a 500 A/m de manera que se alcanza el régimen con movilidad más elevada de la Figura 4.12 en el que se asume una pared de tipo vórtice (Figura 4.13(b)). Ahora el máximo de la velocidad ocurre para un ángulo fuera del eje del hilo: $\phi = -20^\circ$ (círculos rojos), a partir del cual la velocidad disminuye en ambos sentidos. Al contrario del caso anterior, en el que la pared se asumía de tipo transversal, la acción de H_{eff} no es simplemente la de reducir su componente axial (cuadrados negros en Figura 4.13(b)). La rotación de H_{eff} en sentido antihorario incrementa la velocidad de la pared respecto a la que existiría en presencia de un campo H_a de igual amplitud que la componente axial de H_{eff} (obtenida nuevamente a partir de la Figura 4.12). Por el contrario, la rotación en sentido horario disminuye la velocidad comparada con la obtenida en presencia de campo magnético axial. La diferencia máxima entre ambas curvas se obtiene para un ángulo $\phi = -50^\circ$,

punto en el cual el efecto del campo transversal es casi capaz de duplicar el valor de la velocidad de la pared de dominio. En este caso, los resultados sí concuerdan con [52], donde el efecto máximo del campo aplicado se obtiene para un ángulo de 45° , ya que la pared tipo vórtice sí debe ser nucleada en microhilos. El hecho de que la velocidad de la pared disminuya cuando se rota H_{eff} en sentido opuesto (de manera máxima para $\phi = 40^\circ$) puede entenderse en términos de la compleja estructura de una pared tipo vórtice, que se ve favorecida/impedida dependiendo de la polaridad de H_{eff} [53]. Estos efectos han sido analizados en mayor detalle de manera reciente [54], llegando a las mismas conclusiones.

Los resultados presentados en este apartado apoyan la idea de que el régimen de velocidades elevadas en microhilos puede ser debido a la propagación de una pared de tipo vórtice, ya que en esta región la presencia de un campo magnético transversal de baja amplitud es capaz de modificar sustancialmente el valor de su velocidad. Por el contrario, el campo transversal apenas tiene influencia en el régimen de velocidades bajas, donde la pared de dominio presenta una estructura transversal.

4.5 Conclusiones

En este capítulo se han analizado dos aspectos importantes de la dinámica de una pared de dominio en un microhilo biestable: el efecto de la relajación de la estructura amorfa y la propagación en el régimen de velocidades elevadas.

Se ha demostrado que la relajación estructural es un mecanismo efectivo para manipular la pared de dominio ya que permite controlar su amortiguamiento hasta en un orden de magnitud a través de la anisotropía local inducida. Este efecto disminuye al aumentar la temperatura y la frecuencia, reflejando en este último caso el balance entre la frecuencia intrínseca de relajación de los defectos móviles y la frecuencia de excitación. Por otro lado, se ha visto como la disminución en la densidad de defectos móviles originada por un tratamiento térmico adecuado afecta sustancialmente a la intensidad de la relajación, de manera que se hace visible el comportamiento general de un material con un proceso de *after-effect*: un régimen difusivo de movilidad reducida dominado por la relajación estructural que, de manera progresiva, conduce a una zona de movilidad más elevada en la que gobierna el amortiguamiento intrínseco.

Respecto al régimen de velocidades elevadas que aparece en determinadas ocasiones en microhilos biestables, los resultados presentados apoyan la idea de que es consecuencia de la propagación de una pared con estructura tipo vórtice y no transversal, ya que en esta región la presencia de un campo magnético transversal de baja amplitud es capaz de modificar sustancialmente el valor de su velocidad.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Locally induced domain wall damping in a thin magnetic wire” **G. Infante**, R. Varga, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 012503
- “Diffusion-damped domain wall dynamics” R. Varga, **G. Infante**, G.A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Phys.: Conf. Series* **200** (2010) 042026
- “Domain wall dynamics in thin magnetic wires under the influence of transversal magnetic field” K. Richter, R. Varga, **G. Infante**, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **46** (2010) 210-212
- “Single-wall dynamics and power law in bistable magnetic microwires” R. Varga, J. Torrejón, Y. Kostyk, K. L. García, **G. Infante**, G. Badini, M. Vázquez, *J. Phys.: Condens. Matter* **20** (2008) 445215
- “Anomalous effects in the domain wall dynamics in magnetic microwires” R. Varga, **G. Infante**, K. Richter, M. Vázquez, aceptado en *Phys. Stat. Sol. (a)*

4.6 Referencias

- [1] S. A Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnar, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, D. M. Treger, *Science* **294** (2001) 1488-1495
- [2] T. Ono, H. Miyajima, K. Shigeto, K. Mibu, N. Hosoi, T. Shinjo, *Science* **284** (1999) 468-470
- [3] A. Yamaguchi, T. Ono, S. Nasu, K. Miyake, K. Mibu, T. Shinjo, *Phys. Rev. Lett.* **92** (2004) 077205
- [4] M. Kläui, C. A. F. Vaz, J. A. C. Bland, W. Wernsdorfer, G. Faini, E. Cambril, L. J. Heyderman, *Appl. Phys. Lett.* **83** (2003) 105-107
- [5] C. K. Lim, T. Devolder, C. Chappert, J. Grollier, V. Cros, A. Vaurès, A. Fert, *Appl. Phys. Lett.* **84** (2004) 2820-2822
- [6] A. Thiaville, Y. Nakatani, J. Miltat, Y. Suzuki, *Europhys. Lett.* **69** (2005) 990-996
- [7] S. A. Yang, G. S. D. Beach, C. Knutson, D. Xiao, Q. Niu, M. Tsoi, J. L. Erskine, *Phys. Rev. Lett.* **102** (2009) 067201
- [8] S. S. P. Parkin, M. Hayashi, L. Thomas, *Science* **320** (2008) 190-194
- [9] C. Y. You, *Appl. Phys. Lett.* **92** (2008) 152507
- [10] D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit, R. P. Cowburn, *Science* **309** (2005) 1688-1692
- [11] G. S. D. Beach, C. Nistor, C. Knutson, M. Tsoi, J. L. Erskine, *Nat. Mater.* **4** (2005) 741-744
- [12] G. S. D. Beach, C. Knutson, C. Nistor, M. Tsoi, J. L. Erskine, *Phys. Rev. Lett.* **97** (2006) 057203
- [13] M. Hara, T. Kimura, Y. Otani, *Appl. Phys. Lett.* **90** (2007) 242504
- [14] N. A. Usov, A. Zhukov, J. González, *J. Magn. Magn. Mater.* **316** (2007) 255-261
- [15] S. Allende, J. Escrig, D. Altbir, E. Salcedo, M. Bahiana, *Nanotechnology* **20** (2009) 445707
- [16] R. Varga, K. L. García, M. Vázquez, P. Vojtanik, *Phys. Rev. Lett.* **94** (2005) 017201
- [17] R. Varga, A. Zhukov, V. Zhukova, J. M. Blanco, J. González, *Phys. Rev. B* **76** (2007) 132406
- [18] M. Ipatov, V. Zhukova, A. K. Zvezdin, A. Zhukov, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 103902
- [19] A. Makino, T. Kubota, M. Makabe, C. T. Chang, A. Inoue, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) 2499-2503
- [20] R. Varga, *Fast Domain Wall Dynamics in Thin Magnetic Wires*, en *Magnetic Properties of Solids*, Nova Science Publishers (2009)
- [21] B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials*, Addison-Wesley (1972) 446
- [22] A. Hubert, R. Schäfer, *Magnetic Domains*, Springer (1998) 254
- [23] C. H. Tsang, R. L. White, R. M. White, *J. Appl. Phys.* **49** (1978), 1838-1840
- [24] R. Varga, J. Torrejón, Y. Kostyk, K. L. García, G. Infante, G. Badini and M. Vázquez, *J. Phys.: Condens. Matter* **20** (2008) 445215
- [25] H. Chiriac, M. Tibu, T. A. Óvári, *IEEE Trans. Magn.* **45** (2009) 4286-4289.
- [26] G. Durin, S. Zapperi, *Barhausen effect*, en *The Science of Hysteresis*, Academic Press (2006)
- [27] D. C. Jiles, *Czech. J. Phys.* **50** (2000) 893-988
- [28] R. D. McMichael, M. J. Donahue, *IEEE Trans. Magn.* **33** (1997) 4167-4169
- [29] A. Zhukov, M. Vázquez, J. Velázquez, C. García, R. Valenzuela, B. Ponomarev, *Mater. Sci. Eng. A* **226-228** (1997) 753-756
- [30] H. Kronmüller, M. Fähnle, *Micromagnetism and the Microstructure of Ferromagnetic Solids*, Cambridge University Press (2003) 274
- [31] E. Komova, M. Varga, R. Varga, P. Vojtanik, J. Torrejón, M. Provencio, M. Vázquez, *J. Phys.: Condens. Matter* **19** (2007) 236229
- [32] H. Kronmüller, *Phys. Status Solidi B* **118** (1983) 661-673
- [33] R. P. Del Real, C. Prados, D. X. Chen, A. Hernando, M. Vázquez, *Appl. Phys. Lett.* **63** (1993) 3518-3520
- [34] T. H. O'Dell, *Ferromagnetodynamics*, The Macmillan Press Ltd. (1981) 51
- [35] R. L. Novak, J. P. Sinnecker, H. Chiriac, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41** (2008) 095005
- [36] A. L. Greer, *Metallic Glasses* en *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier (2001)
- [37] V. Zhukova, J. M. Blanco, M. Ipatov, R. Varga, J. González, A. Zhukov, *Physica B* **403** (2008), 382-385
- [38] R. Varga, K. L. García, M. Vázquez, A. Zhukov, P. Vojtanik, *Phys. Rev. B* **70** (2004) 024402
- [39] L. M. García, J. Bartolomé, F. J. Lázaro, C. de Francisco, J. M. Muñoz, *Phys. Rev. B* **54** (1996) 15238-15250

- [40] H. Hudak, J. Blazek, A. Cverha, P. Gonda, R. Varga, *Sens. Actuators A: Physical* **156** (2009) 292-295
- [41] R. M. Bozorth, *Ferromagnetism*, Wiley-IEEE Press (1993) 115.
- [42] H. Chiriac, T. A. Óvári, *Prog. Mat. Sci.* **40** (1996) 333-407
- [43] Y. Takahara, *Mat. Sci. Eng. A* **231** (1997) 128-133
- [44] P. Allia, C. Beatrice, F. Vinai, M. Knobel, R. Sato Turtelli, *Appl. Phys. Lett.* **59** (1991) 2454-2456
- [45] A. F. Khapikov, *Phys. Solid State* **36** (1994) 1126-1131
- [46] J. F. Janak, *J. Appl. Phys.* **34** (1963) 3356-3362
- [47] K. D. Sossmeier, F. Beck, R. C. Gomes, L. F. Schelp, M. Carara, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **43** (2010) 055003
- [48] J. Olivera, R. Varga, P. Vojtanik, V. M. Prida, M. L- Sánchez, B. Hernando, A. Zhukov, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) 2534-2537
- [49] V. Zhukova, J. M. Blanco, M. Ipatov, A. Zhukov, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 113914
- [50] A. Kunz, S. C. Reiff, *Appl. Phys. Lett.* **93** (2008) 082503
- [51] H. Forster, T. Schrefl, W. Scholz, D. Suess, V. Tsiantos, J. Fidler, *J. Magn. Magn. Mater.* **249** (2002) 181-186
- [52] S. Allende, D. Altbir, E. Salcedo, M. Bahiana, J. P. Sinnecker, *J. Appl. Phys.* **104** (2008) 013907
- [53] M. T. Bryan, T. Schrefl, D. Atkinson, D. A. Allwood, *J. Appl. Phys.* **103** (2008) 073906
- [54] K. Richter, R. Varga, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Appl. Phys. Lett.* **96** (2010) 182507

5. RESONANCIA FERROMAGNÉTICA Y MAGNETOIMPEDANCIA

5.1. Introducción

5.2. FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

5.2.1. Teoría de FMR en un cilindro conductor ferromagnético

5.2.2. Modos de absorción y longitud de penetración

5.2.3. Condición de resonancia: del micro al nanohilo

5.3. FMR en microhilos bifásicos

5.3.1. Origen de las absorciones múltiples. Microhilos CoFe/FeNi

5.4. MI en microhilos bifásicos

5.4.1. Efecto polarizador en microhilos Fe/FeNi

5.5. Conclusiones

5.6. Referencias

5.1 Introducción

Las excitaciones magnéticas de alta frecuencia en sólidos, como la resonancia ferromagnética (FMR) o las ondas de espín, son importantes en física e ingeniería de microondas por un buen número de razones. La condición de resonancia y su anchura espectral informan al físico acerca de parámetros intrínsecos del material (imaneación de saturación, razón giromagnética, anisotropía) así como sobre los canales de relajación de la imanación. Además, estas excitaciones de microondas son particularmente adecuadas para el estudio de fenómenos no lineales incluyendo caos y propagación de solitones [1]. Por otro lado, el ingeniero encuentra en los materiales magnéticos posibilidades únicas de diseño, de manera que el estudio de su comportamiento a alta frecuencia se hace indispensable a la hora de desarrollar cualquier dispositivo que tenga su fundamento en una inversión rápida de la imanación.

La espectroscopía de microondas se emplea, por ejemplo, para investigar el amortiguamiento en óxidos granulares de CoCr [2] como los empleados desde 2005 en grabación magnética perpendicular (PMR) y ayuda a optimizar esta técnica estándar en la industria. Además, la presencia de un campo magnético de microondas puede excitar precesiones de la imanación de ángulo elevado que ayudan a reducir el valor de su campo de inversión o de *switching*. Este efecto, conocido como inversión de la imanación asistida por microondas (MAMR), ha sido demostrado incluso en materiales con anisotropía y amortiguamiento relativamente elevados [3] y tiene potencial aplicación en grabación magnética. Finalmente, la FMR en materiales magnéticos como las ferritas también se utiliza en el procesado de señales electromagnéticas a frecuencias de microondas (fabricación de filtros, circuladores, líneas de retardo, limitadores de potencia,...). Su uso se estudia desde los años 50 del siglo pasado y en la actualidad el reto es extender estas aplicaciones cada vez a más alta frecuencia [4]; dentro del rango de las ondas milimétricas (30-500 GHz).

La Magnetoimpedancia (MI) es un fenómeno estrechamente relacionado con la FMR, ya que ambos fenómenos comparten la misma descripción teórica [5]. Como se vio en el Capítulo 1, la MI tiene su origen en el efecto pelicular [6] (cambios en la impedancia eléctrica del material originados por la dependencia de la longitud de penetración con el campo magnético) y ha sido ampliamente estudiada en numerosos sistemas (láminas delgadas, hilos y cintas) por su aplicación en sensores de campo magnético.

En cuanto al comportamiento de los microhilos amorfos recubiertos de vidrio en el rango de frecuencias del MHz al GHz (MI y FMR, respectivamente), hay un renovado interés en su estudio debido a la posibilidad de emplear matrices de estos hilos en medios absorbentes sintonizables mediante campo magnético y/o tensión mecánica [8], como materiales zurdos [9] y por su uso individual en sensores comerciales de campo magnético de elevada sensibilidad

basados en MI [7]. Respecto al otro sistema objeto de esta tesis, los microhilos con dos fases magnéticas, los pocos trabajos realizados hasta la fecha en hilos con núcleo blando y recubrimiento duro han mostrado resultados prometedores de cara a su aplicación tecnológica: un comportamiento de MI asimétrico de origen dipolar [10] y un espectro de FMR con múltiples absorciones resonantes [11].

Pese a que la teoría de FMR en microhilos está bien establecida desde hace tiempo [5],[12], la interpretación de los espectros de absorción en la literatura está lejos de ser unánime. Este hecho sorprendente será el primer asunto a tratar en este capítulo, donde se presentarán resultados experimentales de FMR en microhilos monofásicos de Fe con radio metálico de 13.5 y 0.75 μm . Estas observaciones, apoyadas por cálculos basados en [12], servirán para demostrar como es necesario considerar de manera conjunta las dimensiones transversales del hilo, la simetría (forma) del campo excitador de microondas y la longitud de penetración (magnética o no magnética) para una correcta interpretación de los espectros. De igual manera, los resultados en el hilo submicrométrico de 0.75 μm de radio mostrarán claramente como evoluciona la condición de FMR en un hilo conductor ferromagnético cuando su diámetro se aproxima a la nanoescala.

En segundo lugar, se analizará en detalle el espectro de FMR de los microhilos bifásicos, ya que el origen de sus múltiples absorciones no queda claro debido a la realización de experimentos en muestras no saturadas [11]. Las medidas en microhilos de CoFe/FeNi (dos fases magnéticas muy blandas y débilmente acopladas) pondrán de manifiesto la existencia de tres absorciones resonantes: dos de ellas debidas a la FMR de las fases magnéticas y una tercera a baja frecuencia originada por el carácter capacitivo intrínseco de estas estructuras multicapa.

Finalmente, se estudiará como influye el efecto polarizador o *bias* en el comportamiento de MI de microhilos bifásicos blando/blando con composición Fe/FeNi. La respuesta del núcleo amorfo de Fe cambiará de “pico simple” a “pico doble” como consecuencia de la fuerte interacción dipolar existente en este sistema blando/blando.

En este capítulo ha sido necesario emplear las dos técnicas básicas de medida de FMR descritas en el apartado 2.4.5: Un analizador de redes de microondas (barrido en frecuencia (10 MHz-12 GHz) manteniendo el campo magnético estático fijo) y un espectrómetro de microondas basado en una guía de onda cortocircuitada (barrido en campo magnético estático a frecuencia fija). El trabajo ha sido realizado en colaboración con el Prof. Carl Patton de la Universidad estatal de Colorado en USA, con el Doctor L. Kraus del Instituto de Física de la Academia de Ciencias de la República Checa en Praga y con el Doctor V. Raposo, perteneciente a la Universidad de Salamanca.

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

La FMR es una técnica empleada en la actualidad por diversos grupos para la investigación de microhilos magnéticos. No obstante, los resultados experimentales no siempre se interpretan de manera conveniente. En este apartado se tratará de explicar por qué.

Conviene mencionar antes algunos aspectos básicos relacionados con la condición de resonancia, ya que esta va a ser la base de todo el apartado. Recordemos que se va a tratar siempre con muestras completamente saturadas (uniformemente imanadas) en su campo de resonancia H_{FMR} . El primer artículo de revisión que formuló de manera precisa las condiciones de resonancia fue publicado por C. Kittel en 1948 [13]. Kittel derivó la condición de resonancia para un elipsoide aislante saturado por un campo magnético estático H aplicado a lo largo de uno de sus ejes principales y consideró algunos casos particulares (en unidades CGS):

$$\omega_{FMR} / \gamma = \sqrt{H_{eff}(H_{eff} + 4\pi M_S)} \quad \text{Lámina delgada} \quad (5.1)$$

$$\omega_{FMR} / \gamma = H_{eff} + 2\pi M_S \quad \text{Cilindro infinito} \quad (5.2)$$

La ecuación (5.1) es la condición de resonancia para una lámina delgada imanada en el plano a lo largo de su eje fácil; mientras que la expresión (5.2) corresponde a un cilindro imanado a lo largo de su eje. ω_{FMR} es la frecuencia angular de resonancia, γ es la razón giromagnética, M_S es la imanación de saturación del material y H_{eff} es el campo magnético efectivo: $H_{eff} = H_{FMR} + H_k$; donde H_k es el campo de anisotropía.

Después del trabajo de Kittel la investigación se centró fundamentalmente en ferritas y granates, con lo que las ecuaciones (5.1) y (5.2) se hicieron tan comunes que mucha gente se olvida de las restricciones aplicables a un metal ferromagnético. El propio Kittel mostró que la ecuación (5.1) podía utilizarse para una superficie plana imanada tangencialmente en una muestra metálica masiva o *bulk*. Finalmente, Rodbell pondría de manifiesto que, debido al efecto pelicular, la aproximación de lámina delgada es la adecuada para un hilo metálico *bulk* imanado axialmente [14]. Desafortunadamente, estas consideraciones se ignoran a veces al estudiar la FMR en microhilos magnéticos y algunos autores tratan de explicar sus resultados en términos de la condición de resonancia para un cilindro (ecuación (5.2)). Obviamente, suelen encontrar valores erróneos para M_S , γ y H_k .

La tercera ecuación importante en este capítulo será la condición de antirresonancia ferromagnética (FMAR): un mínimo en la absorción de potencia de microondas debido a que la onda electromagnética penetra profundamente en el material y este se hace más transparente a la radiación. La condición de FMAR viene dada por [15],[16]:

$$\omega_{FMAR} / \gamma = H_{eff} + 4\pi M_S \quad (5.3)$$

donde ω_{FMR} es la frecuencia angular de antirresonancia y $H_{eff} = H_{FMR} + H_k$. Como se verá más adelante, la FMR solo aparecerá en hilos suficientemente gruesos y a frecuencias tales que:

$$\omega_{FMR} / \gamma > 4\pi M_s.$$

A la vista de todo lo anterior parece claro que existen un par de preguntas pendientes relacionadas con la FMR en un hilo conductor ferromagnético:

¿Qué significa un microhilo *bulk*?

¿Qué condición de resonancia debe utilizarse en un micro/nanohilo y por qué?, o lo que es lo mismo: ¿Qué sucede al reducir el diámetro del hilo a la nanoescala?

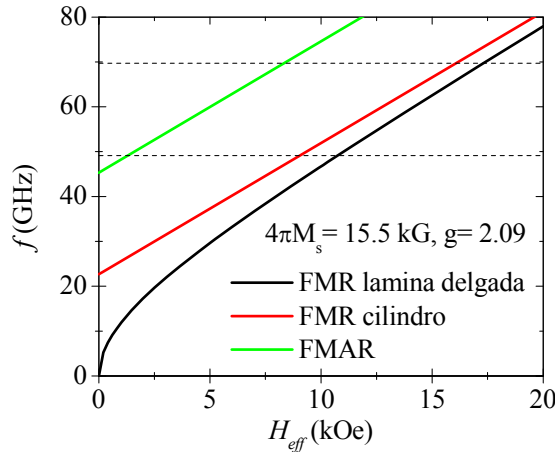


Figura 5.1 Condición de FMR para una lámina delgada (ecuación (5.1)) y para un cilindro (ecuación (5.2)), así como la condición de FMR (ecuación (5.3)) de una aleación de $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$ (asumiendo $4\pi M_s = 15.5$ kG, $g = 2.09$ GHz/kOe). Las líneas discontinuas horizontales señalan las frecuencias de excitación consideradas en este Capítulo. Nótese que $\omega/\gamma = f/1.399611g$, donde g es el factor de Landé.

Para responder estas cuestiones se han realizado una serie de experimentos de FMR a 49.1 y 69.7 GHz en microhilos monofásicos con composición nominal $\text{Fe}_{76}\text{Si}_9\text{B}_{10}\text{P}_5$, radios metálicos de 13.5 y 0.75 μm y 1.5 mm de longitud. Se ha utilizado la técnica de reflexión en una guía de onda cilíndrica de banda V de 3.96 mm de diámetro interno (ver apartado 2.4.5.b). Estas frecuencias tan elevadas aseguran que los hilos de 0.75 μm de radio estén saturados en H_{FMR} (son bastante más difíciles de saturar que un microhilo de diámetro estándar, ver su correspondiente ciclo $M-H$ en la Figura 3.5(a)). Además, la composición rica en Fe tiene elevada M_s y relativamente bajo coeficiente de amortiguamiento α [12], por lo que las tres características de absorción en estudio estarán bien separadas en campo y serán relativamente estrechas, lo que garantiza que serán bien distinguibles. Su posición espectral se representa en la Figura 5.1; donde se han señalado las dos frecuencias de trabajo consideradas en este apartado.

En primer lugar se revisará de manera sucinta la teoría de FMR empleada en el análisis de los resultados experimentales. Hay tres autores que han abordado el tema teniendo en cuenta la naturaleza metálica del material: Kraus [12], Lofland [17] y Arias [18]. Se ha elegido aquí la formulada por L. Kraus [12] ya que se verá que es más compleja y rigurosa que las otras dos.

5.2.1 Teoría de FMR en un cilindro conductor ferromagnético

La teoría de FMR en metales fue formulada por Ament y Rado [19] y se basa en la solución simultánea de la ecuación de movimiento de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) y de las ecuaciones de Maxwell. Teniendo en cuenta que en un metal ferromagnético la corriente de desplazamiento es despreciable, las ecuaciones relevantes son (en unidades SI):

$$\frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} = \gamma \mathbf{M} \times \mathbf{H}_{eff} - \frac{\alpha}{M_s} \mathbf{M} \times \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial t} \quad (5.4)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{E} / \rho \quad \nabla \times \mathbf{E} = -\partial \mathbf{B} / \partial t \quad \nabla \cdot \mathbf{B} = 0 \quad (\mathbf{B} = \mu_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M})) \quad (5.5)$$

que han de resolverse imponiendo las correspondientes condiciones de contorno (continuidad de las componentes del campo electromagnético y condición sobre la anisotropía superficial)

Al utilizar la aproximación armónica y de baja señal (los vectores se dividen en componente DC y AC: $\mathbf{M} = \mathbf{M}_0 + \mathbf{m}e^{i\omega t}$, $\mathbf{m} \perp \mathbf{M}_0$, $\mathbf{H} = \mathbf{H}_0 + \mathbf{h}e^{i\omega t}$, ... y solo se tienen en cuenta términos de primer orden en variables AC) se obtienen las ecuaciones linealizadas:

$$\mathbf{b} = i\mu_0 \frac{\delta_0^2}{2} \nabla \times (\nabla \times \mathbf{h}) \quad (5.6)$$

$$i \frac{\omega}{\gamma} \mathbf{m} = \mathbf{m} \times (\mathbf{H}_{eff0} + i\alpha \frac{\omega}{\gamma} \frac{\mathbf{M}_0}{M_s}) + \mathbf{M}_0 \times \mathbf{h}_{eff} \quad (\mathbf{h}_{eff} = \mathbf{h} + \mathbf{h}_k + \frac{2A}{\mu_0 M_s^2} \nabla^2 \mathbf{m}) \quad (5.7)$$

donde $\delta_0 = (2\rho/\mu_0\omega)^{1/2}$ es la longitud de penetración no magnética (depende de μ_0) y $(2A/\mu_0 M_s^2) \nabla^2 \mathbf{m}$ es el campo de canje \mathbf{h}_{ex} .

La ecuación (5.6) es una ecuación de ondas, mientras que (5.7) es la ecuación linealizada del movimiento. Estas son las dos expresiones básicas de la resonancia ferromagnética y de la magnetoimpedancia en metales. El campo de canje \mathbf{h}_{ex} es una parte del campo efectivo AC importante cuando se reduce el diámetro del hilo a dimensiones submicrométricas, ya que describe las ondas de espín. Aunque como veremos su presencia complica bastante los cálculos, se pueden obtener resultados analíticos fácilmente programables en un sistema de álgebra computacional, que serán los utilizados en el siguiente apartado. No obstante, se va a despreciar por el momento este término. En este caso, la ecuación de LLG representa una relación lineal entre los vectores \mathbf{b} y \mathbf{h} que puede describirse en términos de un tensor permeabilidad $\vec{\mu}$. En el sistema de coordenadas en el que el eje z es paralelo a la imanación estática ($z \parallel \mathbf{M}_0 \parallel \mathbf{H}_{eff0}$) viene dado por:

$$\vec{\mu} = \begin{bmatrix} \mu_1 & -i\mu' & 0 \\ i\mu' & \mu_1 & 0 \\ 0 & 0 & \mu_0 \end{bmatrix} \quad (\mathbf{b} = \vec{\mu} \mathbf{h}) \quad (5.8)$$

Este tensor es diagonal en el sistema de coordenadas rotado definido por los vectores: $\mathbf{u}_- = \mathbf{u}_x - i\mathbf{u}_y$, $\mathbf{u}_+ = \mathbf{u}_x + i\mathbf{u}_y$, \mathbf{u}_z y por ello es conveniente utilizarlo en los cálculos. Sus componentes en el sistema rotado son las permeabilidades circulares μ_{\pm} :

$$\mu_{\pm} = \mu_0 \frac{H_{eff0} + M_s + i\alpha\omega / \gamma \pm \omega / \gamma}{H_{eff0} + i\alpha\omega / \gamma \pm \omega / \gamma} \quad (5.9)$$

Sustituyendo \mathbf{b} en la ecuación (5.6) se obtiene la ecuación de ondas para el campo \mathbf{h} , que describe las ondas electromagnéticas en el metal ferromagnético, altamente amortiguadas por las corrientes de eddy:

$$\nabla \times (\nabla \times \mathbf{h}) = \frac{2i}{\delta_0^2} \frac{\vec{\mu}}{\mu_0} \mathbf{h} \quad (5.10)$$

Se debe resolver esta ecuación en un microhilo. Para ello se considerará un cilindro metálico de radio a y longitud l imanado uniformemente a lo largo de su eje z tal y como muestra la Figura 5.2. La posición de un punto en el espacio vendrá dada en coordenadas cilíndricas (r, ϕ, z) , se empleará el sistema de coordenadas rotado definido anteriormente y se supondrá propagación perpendicular al eje z .

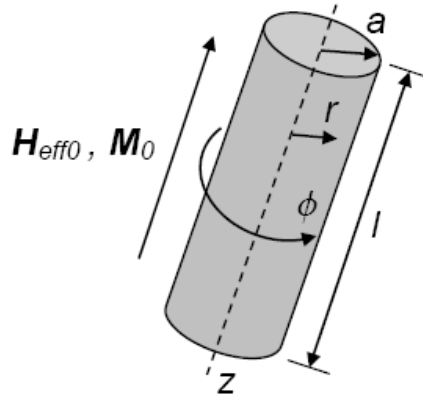


Figura 5.2 Hilo conductor ferromagnético de radio a y longitud l uniformemente imanado por un campo magnético \mathbf{H}_{eff0} . La posición de un punto en el espacio se expresa en coordenadas cilíndricas (r, ϕ, z) .

La solución general de la ecuación de ondas (5.10) en el interior del cilindro ($r < a$) viene dada como suma de funciones de Bessel:

$$\mathbf{h}(r, \phi) = \sum_n \mathbf{h}^{(n)} e^{in\phi} J_n(kr) \quad (5.11)$$

y de manera análoga para el resto de campos ($\mathbf{b}(r, \phi)$, $\mathbf{e}(r, \phi)$, $\mathbf{m}(r, \phi)$). A la vista de (5.11) es claro que existen infinitas soluciones (o modos “ n ”) de la ecuación de ondas en el hilo con diferente simetría espacial.

Sustituyendo la serie (5.11) en la ecuación de ondas y utilizando la ortogonalidad de las ondas cilíndricas se obtiene la constante de propagación k en el hilo ($r < a$):

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

$$k^2 = -\frac{2i}{\delta_0^2} \frac{\mu_{eff}}{\mu_0} \left(\frac{2}{\mu_{eff}} = \frac{1}{\mu_+} + \frac{1}{\mu_-} \right) \quad (5.12)$$

donde μ_{eff} es la permeabilidad efectiva.

El vector de onda k es complejo: $k = k' + ik''$ y es el mismo para todos los modos n . La longitud de penetración de la radiación en el material δ es el inverso de la parte imaginaria de k : $\delta = 1/k''$. δ se conoce como longitud de penetración magnética ya que no solo depende de la frecuencia, como en un metal no magnético, sino también del campo magnético aplicado a través de μ_{eff} [15]. Las consecuencias de este hecho fundamental en el comportamiento de FMR/FMAR se analizarán también en este capítulo.

Se puede demostrar que para el modo de resonancia n las componentes tangenciales del campo eléctrico y magnético son:

$$h_\phi^{(n)}(r, \phi) = \frac{n}{2kr} \left(\frac{1}{\mu_-} - \frac{1}{\mu_+} \right) J_n(kr) + \frac{1}{\mu_{eff}} J_n'(kr) \quad (5.13)$$

$$e_z^{(n)}(r, \phi) = -\rho e^{in\phi} \frac{k}{\mu_{eff}} J_n(kr) \quad (5.14)$$

La impedancia superficial η_n , definida como el cociente entre estas dos cantidades para $r=a$, viene entonces dada por:

$$\eta_n \equiv \frac{e_z^{(n)}(a, \phi)}{h_\phi^{(n)}(a, \phi)} = \frac{\rho}{a} \frac{1}{i \frac{n}{2} \left(\frac{\delta_0}{a} \right)^2 \frac{\mu_0}{\mu_+} - \frac{1}{ka} \frac{J_{n-1}(ka)}{J_n(ka)}} \quad (5.15)$$

Hasta ahora se ha despreciado el campo de canje en la ecuación (5.7). Como ya se comentó, el canje juega un papel importante cuando se aplica el campo de microondas debido a la componente $\mathbf{h}_{ex} = (2A / \mu_0 M_s^2) \nabla^2 \mathbf{m}$, pero puede despreciarse si solo se desea describir la FMR o modo de precesión uniforme. Se verá ahora como se modifican las ecuaciones anteriores al incluir este término, ya que serán utilizadas en la siguiente sección. Al considerar \mathbf{h}_{ex} las ecuaciones básicas de la FMR ((5.6) y (5.7)) ya no pueden resolverse de manera separada, pero el problema se simplifica teniendo en cuenta que para ondas cilíndricas:

$$\nabla^2 e^{in\phi} J_n(kr) = -k^2 e^{in\phi} J_n(kr) \quad (5.16)$$

y por tanto: $\mathbf{h}_{ex} = -(2A / \mu_0 M_s^2) k^2 \mathbf{m}$. Se puede demostrar entonces que la ecuación de LLG se resuelve de la misma manera que antes pero el campo efectivo en las permeabilidades (5.9) debe incluir el campo de canje que depende del vector k . Es decir, se puede hacer la transformación $H_{eff0} \rightarrow H_{eff0} + (2A / \mu_0 M_s) k^2$. Esto implica que la expresión (5.12) para la constante de propagación se convierte en una ecuación bicúbica:

$$k^2 = -\frac{2i}{\delta_0^2} \frac{\mu_{eff}}{\mu_0} = \frac{a_0 + a_1 k^2 + a_2 k^4}{b_0 + b_1 k^2 + b_2 k^4} \quad (5.17)$$

donde a_i, b_i serán determinados coeficientes.

La expresión (5.17) tiene tres pares de soluciones k_j (llamadas ramas) que, de acuerdo a Liu y Baker, se denotan: $\pm k_U, \pm k_S, \pm k_N$. U es el modo de FMR o de precesión uniforme ya contemplado en (5.12) y S y N son ondas de espín resonantes y no resonantes, respectivamente.

Ahora la solución general de la ecuación de ondas para el modo n vendrá dada por una combinación lineal de las tres ramas:

$$h^{(n)}(r, \phi) = \sum_j h^{(n,j)} e^{in\phi} J_n(k_j r) \quad (j = U, S, N) \quad (5.18)$$

Para determinar la amplitud cada rama se debe imponer además la condición de contorno sobre la anisotropía superficial. Se asumirá una anisotropía superficial uniaxial con eje fácil paralelo a la imanación estática M_S [20]:

$$\left[\frac{\partial \mathbf{m}}{\partial n} = \frac{K_S}{A} \mathbf{m} \right]^{r=a} \quad (5.19)$$

donde \mathbf{n} representa la dirección normal a la superficie y K_S es la constante de anisotropía superficial. Utilizando esta condición de contorno, se puede obtener también la impedancia superficial del modo n resolviendo el siguiente determinante:

$$\eta_n = -\rho \frac{\begin{vmatrix} W_{n,U}(a) & W_{n,S}(a) & W_{n,N}(a) \\ X_{n,U}(a) & X_{n,S}(a) & X_{n,N}(a) \\ Y_{n,U}(a) & Y_{n,S}(a) & Y_{n,N}(a) \end{vmatrix}}{\begin{vmatrix} V_{n,U}(a) & V_{n,S}(a) & V_{n,N}(a) \\ X_{n,U}(a) & X_{n,S}(a) & X_{n,N}(a) \\ Y_{n,U}(a) & Y_{n,S}(a) & Y_{n,N}(a) \end{vmatrix}} \quad (5.20)$$

que está formado por las siguientes funciones:

$$V_{n,j}(r) = \frac{1}{2} \left[\frac{1}{\mu_{-,j}} J_{n-1}(k_j r) - \frac{1}{\mu_{+,j}} J_{n+1}(k_j r) \right] \quad (5.21)$$

$$W_{n,j}(r) = \frac{k_j}{\mu_{eff,j}} J_n(k_j r) \quad (5.22)$$

$$X_{n,j}(r) = \left(\frac{1}{\mu_0} - \frac{1}{\mu_{-,j}} \right) \left[k_j J'_{n-1}(k_j r) + \frac{K_S}{A} J_{n-1}(k_j r) \right] \quad (5.23)$$

$$Y_{n,j}(r) = \left(\frac{1}{\mu_0} - \frac{1}{\mu_{+,j}} \right) \left[k_j J'_{n+1}(k_j r) + \frac{K_S}{A} J_{n+1}(k_j r) \right] \quad (5.24)$$

donde $\mu_{eff,j}$ y $\mu_{\pm,j}$ son las permeabilidades efectiva y circulares de la rama j , respectivamente.

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

La expresión (5.20) para el cálculo de la impedancia superficial es ciertamente mucho más complicada que la que se obtiene al despreciar el canje (ecuación (5.15)). Esto es fundamentalmente debido a la presencia de las funciones X e Y , que dependen de la condición particular impuesta sobre la anisotropía superficial. No obstante, (5.20) se puede programar fácilmente para realizar cálculos numéricos.

La potencia absorbida es quizás la cantidad más importante en un experimento clásico de FMR y se puede calcular como la integral de superficie del vector de Poynting. La potencia relativa, definida como el cociente entre la potencia absorbida y la incidente, será la suma de las absorciones individuales de cada modo n :

$$P_{rel} = \sum_n P_{rel}^{(n)} \quad (5.25)$$

$$\text{donde } P_{rel}^{(n)} \equiv \frac{P_{abs}^{(n)}}{P_{in}^{(n)}} = 1 - |A_n|^2 \quad (5.26)$$

A_n es un parámetro de *scattering* que se calcula a partir de la impedancia superficial (5.20) de la siguiente manera:

$$A_n = -\frac{H_n^{(1)}(a\kappa) + i\sqrt{\epsilon_0/\mu_0}\eta_n H_n^{(1)'}(a\kappa)}{H_n^{(2)}(a\kappa) + i\sqrt{\epsilon_0/\mu_0}\eta_n H_n^{(2)'}(a\kappa)} \quad (5.27)$$

$\kappa = \omega/c$ es la constante de propagación en el espacio libre ($r > a$) y $H_n^{(1)}(\kappa a)$, $H_n^{(2)}(\kappa a)$ son funciones de Hankel de primera y segunda especie. Teniendo en cuenta que $\kappa \ll a$, el parámetro de *scattering* se puede escribir de manera aproximada como:

$$A_n \approx \frac{2\pi \left(\frac{2}{(|n|-1)!} \right)^2 \left(\frac{\kappa a}{2} \right)^{2|n|} \text{Re}(z_n)}{n^2 |z_n|^2 + 2|n| \text{Im}(z_n) + 1} \quad (n \neq 0) \quad (5.28)$$

donde $z_n = \eta_n / \mu_0 \omega a$

Aquí termina el resumen de la teoría expuesta en [12] que se va a utilizar en este capítulo. Puede parecer complicada, pero la manera de proceder es en realidad bastante sencilla: Considerando el canje, se ha de resolver en primer lugar la ecuación secular (5.17) para obtener las tres constantes de propagación k_j . A continuación, se calculan las correspondientes permeabilidades $\mu_{eff,j}$ y $\mu_{\pm,j}$ de acuerdo a la ecuación (5.9) teniendo en cuenta la transformación $H_{eff0} \rightarrow H_{eff0} + (2A/\mu_0 M_S)k^2$. A partir de ellas se obtienen las funciones $V_{n,j}(r)$, $W_{n,j}(r)$, $X_{n,j}(r)$ y $Y_{n,j}(r)$ (ecuaciones (5.21)-(5.24)) con las que se resuelve el determinante (5.20) para llegar a la expresión de la impedancia superficial η_n . Finalmente, se obtiene a partir de η_n el parámetro de *scattering* A_n (ecuación (5.27)) y se calcula la potencia absorbida de microondas (ecuación (5.26)). Teniendo en cuenta que el modo de precesión

uniforme k_U equivale a despreciar el canje ($A=0$), se puede utilizar la expresión (5.12) para calcular la longitud de penetración magnética δ .

Se acaba de ver que en principio existen infinitos modos n de absorción resonante en un hilo, pero: ¿Cuáles de ellos pueden excitarse en la realidad?. La única manera de comprobarlo es comparar teoría y experimento. Es lo que se desarrolla a continuación para responder a los dos interrogantes planteados al principio del capítulo.

Las tres descripciones teóricas de la FMR en un hilo conductor ferromagnético se comparan en la Tabla 5.1. Como ya se comentó con anterioridad, la aquí considerada [12] es en efecto la más rigurosa de ellas.

artículo	modos n	canje incluido	onda incidente
L. Kraus [12]	todos	sí	cilíndrica
S. E. Lofland [17]	± 1	no	plana
R. Arias [18]	± 1	sí	campo uniforme

Tabla 5.1 Comparación de los tres artículos teóricos que tratan el problema de la FMR en un hilo conductor ferromagnético teniendo en cuenta la naturaleza metálica del material.

5.2.2 Modos de absorción y longitud de penetración

Una vez presentada la teoría de FMR de manera general, se van a introducir los dos modos de absorción que pueden excitarse en un hilo: $n=0,1$. Para cada uno de ellos se derivará la correspondiente condición de resonancia, se explicarán las condiciones experimentales en las que se excita intensamente (relacionadas con el diámetro del hilo y con la forma del campo excitador de microondas) y se presentarán ejemplos ilustrativos de cálculos numéricos realizados con Mathematica (el algoritmo se explica detalladamente en el apéndice) en un hilo de Fe puro a 69.7 GHz en función de su radio a . Para del modo $n=0$ se presentarán además resultados experimentales en microhilos amorfos de FeSiBP que confirman las predicciones teóricas y se analizará críticamente el papel fundamental que tiene la longitud de penetración magnética δ . Los experimentos referentes a la observación del modo $n=1$ en un microhilo de Fe de $0.75 \mu\text{m}$ de radio se analizan en el siguiente apartado por ser especialmente relevantes.

▪ Modo $n=0$: circular o metálico

Si se sustituye $n=0$ en la ecuación (5.15), se obtiene para la impedancia superficial:

$$\eta_0 = \rho k \frac{J_0(ka)}{J_1(ka)} \quad (5.29)$$

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

que es la conocida expresión para la magnetoimpedancia de un hilo conductor ferromagnético. Es fácil demostrar entonces [21] que la condición de resonancia viene dada por:

$$\omega / \gamma = \sqrt{H_{eff} (H_{eff} + 4\pi M_S)} \quad (5.30)$$

Es decir, coincide con la condición de resonancia de Kittel para una lámina delgada (ecuación (5.1)). Este modo fundamental $n=0$ tiene simetría rotacional como puede verse en la Figura 5.3. Esta figura también muestra las condiciones en las que se excita intensamente: cuando el hilo se sitúa a lo largo de un máximo de campo eléctrico de microondas $e_{max}(t)$ [14]. El campo magnético inducido de microondas $h_\phi(t)$ es por tanto el que excita la resonancia en este caso. Estas condiciones son las típicas de un experimento de magnetoimpedancia, en el que se hace pasar una corriente eléctrica de alta frecuencia a lo largo del hilo.

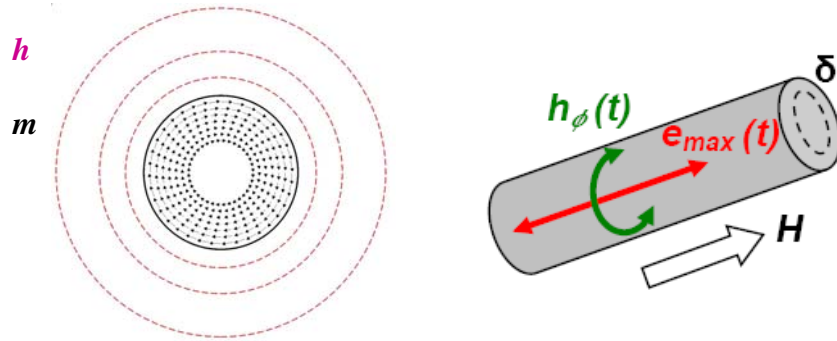


Figura 5.3 Distribución de las componentes de microondas de la imanación m en el interior del hilo y del campo magnético h en su exterior para el modo $n=0$ (cortesía de L. Kraus). En el esquema de la derecha se muestran las condiciones experimentales en las que este modo se excita intensamente (campo eléctrico de microondas máximo a lo largo del eje del hilo: $e_{max}(t)$).

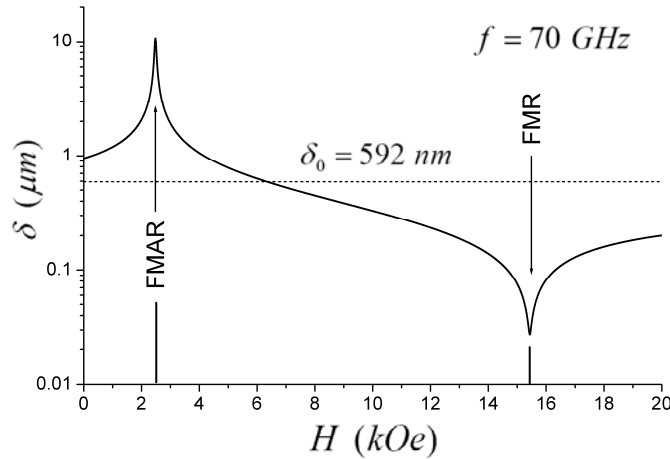


Figura 5.4 Longitud de penetración magnética δ calculada para un hilo de Fe a 70 GHz ($\mu_0 M_S = 2.146$ T, $g = 2.09$, $\rho = 9 \mu\Omega/\text{cm}$, $\alpha = 1.35 \times 10^{-3}$). δ_0 es la longitud de penetración no magnética definida en la ecuación (5.6). Las líneas verticales señalan la posición de la FMR y de la FMAR para el modo de absorción $n=0$ calculadas a partir de las ecuaciones (5.30) y (5.3), respectivamente.

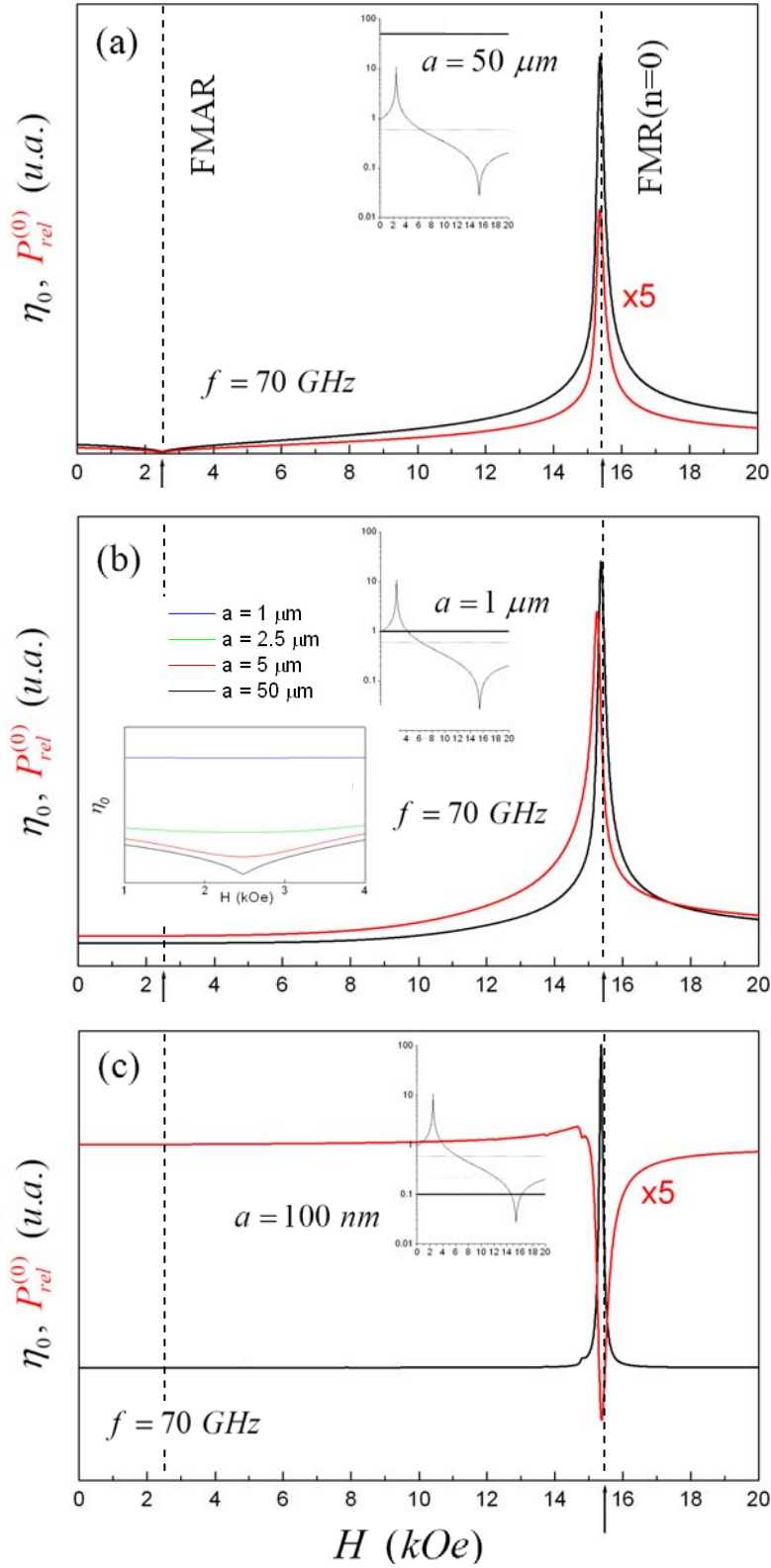


Figura 5.5 Potencia absorbida (rojo) e impedancia superficial (negro) calculadas para el modo $n=0$ en un hilo de Fe a 70 GHz ($\mu_0 M_S = 2.146$ T, $g = 2.09$, $\rho = 9.7 \mu\Omega/\text{cm}$, $\alpha = 1.35 \times 10^{-3}$, $K_s = 0$ J/m², $A = 2 \times 10^{-11}$ J/m) en función de su radio a : (a) $a = 50 \mu\text{m}$, (b) $a = 1 \mu\text{m}$, (c) $a = 100 \text{ nm}$. En cada *inset* se compara el radio a (línea continua horizontal) con la longitud de penetración magnética δ a la misma frecuencia (Figura 5.4). En la figura (b) se muestra además como la FMR se ensancha hasta desaparecer a medida que se reduce el radio del hilo de 50 a $1 \mu\text{m}$. Las líneas verticales señalan la posición de la FMR y de la FMR.

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

El modo de absorción $n=0$ es el que se excita en la inmensa mayoría de los trabajos en microhilos amorfos, ya que las condiciones experimentales son casi siempre las de la Figura 5.3. Además, se verá que este modo es el característico de hilos *bulk* (radios del orden de $5\ \mu\text{m}$ o mayores), que son también las muestras más comúnmente analizadas en la literatura.

La Figura 5.4 muestra un cálculo de la dependencia de la longitud de penetración δ con el campo H a 70 GHz para un hilo de Fe puro (un objeto ilustrativo de este tipo de cálculos). A esta frecuencia, la resonancia y la antirresonancia del modo $n=0$ deben aparecer a $H=15.5\ \text{kOe}$ y a $H=2.5\ \text{kOe}$, respectivamente, de acuerdo a las ecuaciones (5.30) y (5.3) (nótese que se ha despreciado el campo de anisotropía H_k , ya que es apenas relevante a estos campos tan elevados ($H_{\text{eff}} \approx H$)). Se puede observar que, a diferencia de la longitud de penetración no magnética δ_0 , δ depende fuertemente del campo H : es máxima en antirresonancia (δ_{FMAR}) y mínima en resonancia (δ_{FMR}). δ_{FMR} es en este ejemplo inferior a 30 nm (20 veces menor que δ_0), lo cual constituye un hecho fundamental e implica que a través de experimentos de FMR solo puede investigarse una capa muy delgada del hilo cercana a su superficie [15]. Como se verá, el valor de δ_{FMR} se sobreestima frecuente en la literatura lo que origina interpretaciones erróneas de los experimentos. En antirresonancia ocurre todo contrario: la onda penetra mucho en el metal ($\delta_{\text{FMAR}} \approx 10\ \mu\text{m}$) y este se hace más transparente a las microondas.

El importante papel de δ en relación con el radio a del hilo se analiza en detalla en la Figura 5.5, dónde se muestran los perfiles de absorción (curvas en rojo) calculados a la misma frecuencia que antes. Se observa como la FMAR a 2.5 kOe desaparece de manera gradual a medida que el radio del hilo decrece de $50\ \mu\text{m}$ ($a > \delta_{\text{FMAR}}$) a $1\ \mu\text{m}$ ($a \ll \delta_{\text{FMAR}}$). Por otro lado, la absorción resonante $n=0$ a 15.5 kOe se deforma cuando el diámetro del hilo se reduce por debajo de δ_0 , y finalmente se invierte en hilos suficientemente delgados ($a=100\ \text{nm}$). Es decir, la absorción disminuye en FMR. No obstante, este efecto ha sido interpretado como una FMAR en [17], por su parecido con la antirresonancia en hilos más gruesos.

Para confirmar las predicciones sobre el comportamiento del modo de absorción $n=0$, se han realizado experimentos a 69.7 GHz en un microhilo amorfo de FeSiBP *bulk* ($a=13.5\ \mu\text{m}$) situado a lo largo de un máximo de campo eléctrico de microondas empleando la técnica de reflexión en guía de onda cortocircuitada (con la que se obtienen derivadas de los perfiles de absorción). Los resultados se muestran en la Figura 5.6(a). Las curvas dP/dH aparecen ligeramente deformadas probablemente debido a que el hilo representa en este caso una carga bastante elevada para el circuito de microondas [12],[22]. En este caso, el radio del hilo es lo suficientemente grande comparado con δ_{FMAR} (ver Figura 5.6(b)) como para que se pueda observar con claridad la FMAR además de la FMR. Por otro lado, la posición en campo de ambas características espectrales coincide bien con la calculada a partir de las correspondientes ecuaciones asumiendo valores razonables de M_s y g (señaladas con línea discontinua en la Figura 5.6(a) y comparadas en la Tabla 5.2).

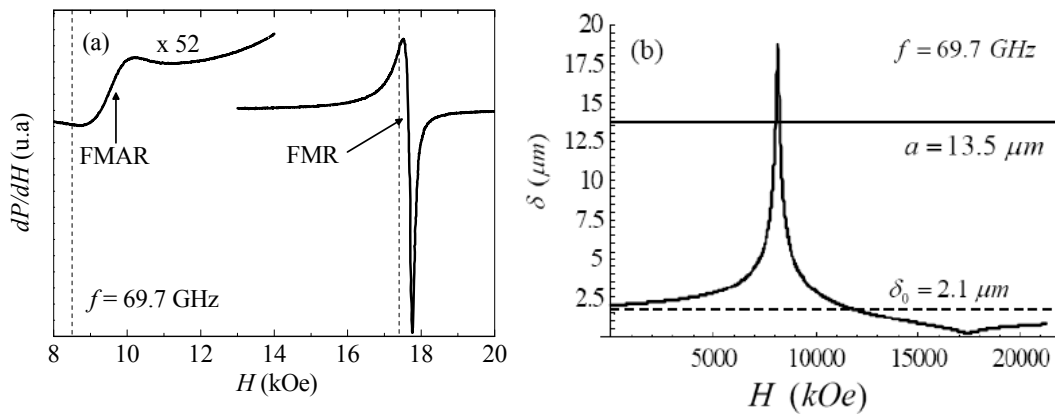


Figura 5.6 (a) Derivada del perfil de absorción de un microhilo de FeSiBP de $13.5 \mu\text{m}$ de radio y longitud $l=1.5 \text{ mm}$ a 69.7 GHz (campo de modulación: 3 Oe a 95 kHz). Las líneas verticales señalan la posición de la FMR y de la FMAR para el modo de absorción $n=0$ calculadas a partir de las ecuaciones (5.30) y (5.3). (b) Longitud de penetración δ en el hilo a la misma frecuencia ($\mu_0 M_s=1.55 \text{ T}$, $g=2.09$, $\rho=125 \mu\Omega/\text{cm}$, $\alpha=4.33 \times 10^{-3}$). La línea discontinua señala el valor de δ_0 .

absorción	experimental (kOe)	calculado (kOe)
FMR ($n=0$)	17.7	17.4
FMAR ($n=0$)	9.5	8.4

Tabla 5.2 Comparación del campo de FMR y de FMAR obtenido a partir de los resultados experimentales de la Figura 5.6(a) con el calculado a partir de las correspondientes ecuaciones (5.30) y (5.3), asumiendo: $\mu_0 M_s=1.55 \text{ T}$, $g=2.09$.

En cuanto a la longitud de penetración magnética, se puede aplicar todo lo comentado anteriormente: de acuerdo a la Figura 5.6(b) $\delta_{\text{FMAR}} \approx 200 \text{ nm}$ a 70 GHz , muchísimo menor que δ_0 . En relación a este punto hay decir que existen algunos trabajos en microhilos *bulk* que olvidan la dependencia $\delta(H)$ y tratan de justificar los espectros de absorción en términos de la estructura de dominios de estos materiales [23],[24],[25]. Esta interpretación se basa en afirmaciones como las siguientes: “los resultados son explicados teniendo en cuenta los resultados más recientes sobre la estructura de dominios de estos hilos”, “a 10.5 GHz la longitud de penetración magnética es del orden de varias micras” y no es en absoluto razonable por dos motivos: i) la FMR se define para un estado saturado dónde no hay estructura de dominios y ii) la longitud de penetración magnética en FMR es en realidad mucho menor, con lo que solo se obtiene información acerca de propiedades superficiales.

Pese a todo lo argumentado, algunos autores tratan de justificar que la condición de resonancia en estas condiciones es la de un cilindro [26], pero no consideran la naturaleza metálica de los hilos y el efecto pelicular; un fenómeno básico en la respuesta en frecuencia del material. Como se verá en el siguiente punto, la condición de resonancia para un cilindro es la adecuada para un hilo en unas condiciones experimentales bien diferentes a las aquí señaladas.

▪ Modo $n=1$: dipolar o aislante

Si se sustituye $n=1$ en la expresión aproximada del parámetro de *scattering* (5.28) y se tiene en cuenta que en el límite de radios pequeños ($a \rightarrow 0$):

$$\eta_0 \approx \frac{i\omega a}{n} \mu_- \quad (5.31)$$

resulta que la condición de resonancia en este caso viene dada por:

$$\omega / \gamma = H_{\text{eff}} + 2\pi M_s \quad (5.32)$$

que es la condición de resonancia de Kittel para un cilindro (ecuación (5.2)). Este modo de absorción tiene una simetría de carácter dipolar como puede verse en la Figura 5.7. La figura también muestra las condiciones en las que se excita intensamente: cuando el hilo se sitúa en un máximo de campo magnético de microondas $h_{\text{max}}(t)$. Esta es la configuración típica en experimentos de resonancia paramagnética (EPR) o de FMR en aislantes.

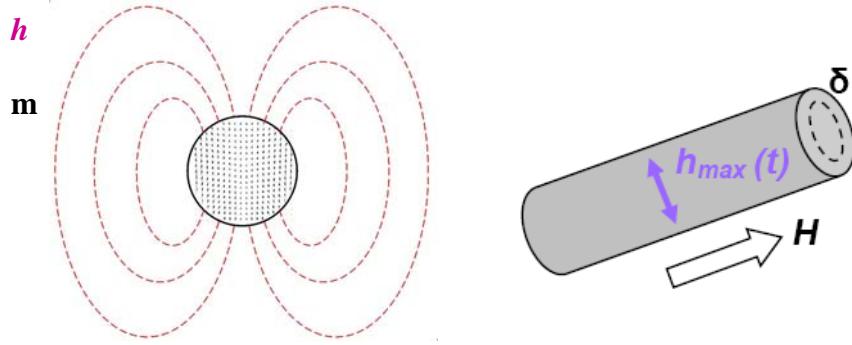


Figura 5.7 Distribución de las componentes de microondas de la imanación m en el interior del hilo y del campo magnético h en su exterior para el modo $n=1$ (cortesía de L. Kraus). En el esquema de la derecha se muestran las condiciones experimentales en las que este modo se excita intensamente (campo magnético de microondas máximo a lo largo del eje del hilo: $h_{\text{max}}(t)$).

El modo de absorción $n=1$ se excita por tanto en unas condiciones opuestas al modo $n=0$ y se verá que es característico de la nanoescala. Existen algunos indicios de la observación de este modo en microhilos con radio entre 1.5 y 3 μm situados en un cero de campo eléctrico de microondas [17] (i.e. máximo de campo magnético de microondas). Los propios autores dicen que “es muy sorprendente que el campo característico siga lo que parece ser la ecuación convencional para un cilindro”, pero no interpretan sus observaciones de manera demasiado clara. Por este motivo se han realizado una serie de cálculos análogos a los del punto anterior, que serán confirmados en el apartado siguiente mediante medidas de FMR en un microhilo submicrométrico de 0.75 μm de radio en función de las condiciones de excitación del experimento de microondas

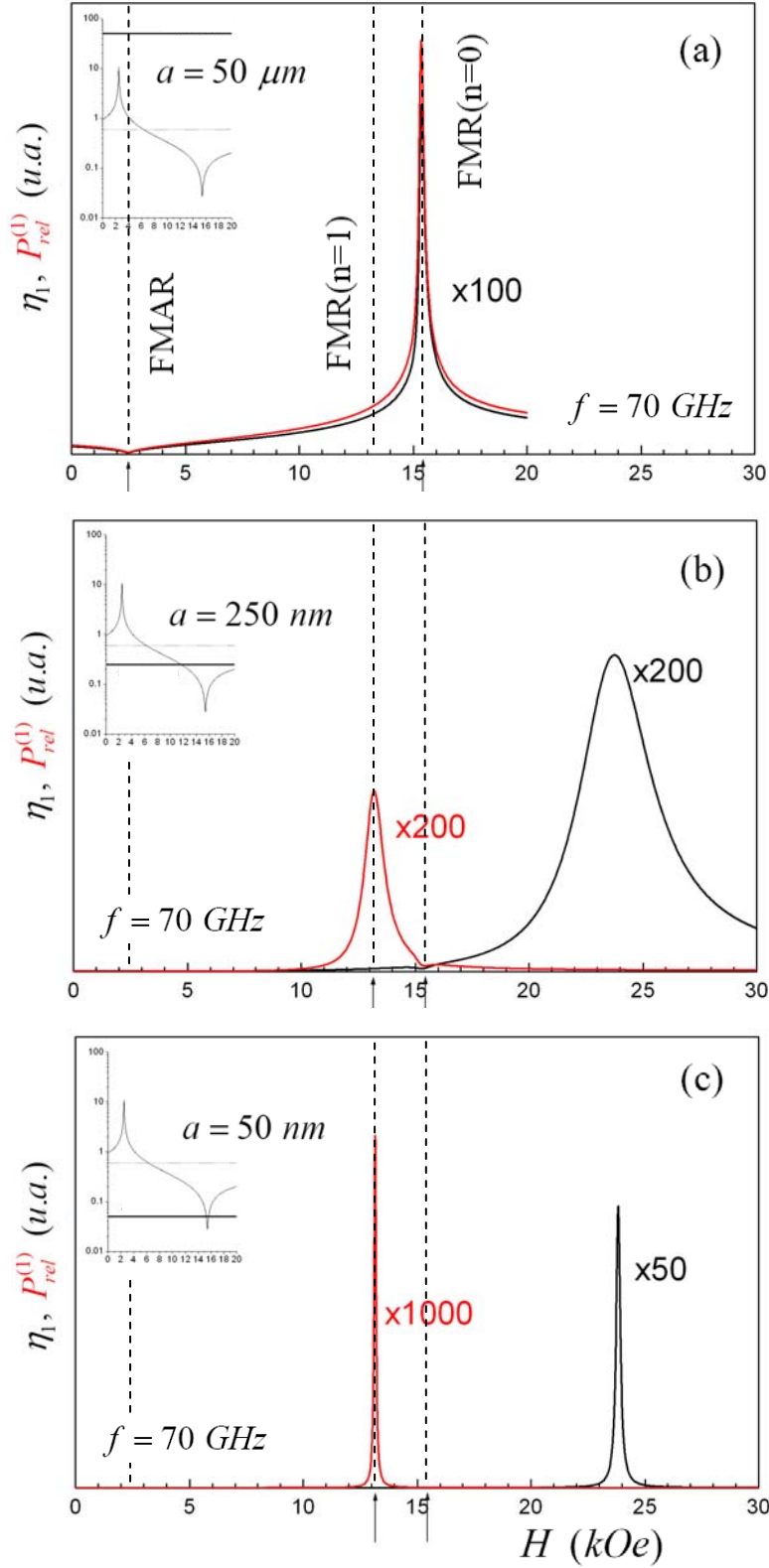


Figura 5.8 Potencia absorbida (rojo) e impedancia superficial (negro) calculadas para el modo $n=1$ en un hilo de Fe a 70 GHz ($\mu_0 M_S = 2.146$ T, $g = 2.09$, $\rho = 9.7 \mu\Omega/\text{cm}$, $\alpha = 1.35 \times 10^{-3}$, $K_s = 0$ J/m², $A = 2 \times 10^{-11}$ J/m) en función de su radio a : (a) $a = 50 \mu m$, (b) $a = 250$ nm, (c) $a = 50$ nm. En cada *inset* se compara el radio a (línea continua horizontal) con la longitud de penetración magnética δ a la misma frecuencia (Figura 5.4). Las líneas verticales señalan la posición de la FMR para $n=0,1$ y de la FMAR.

5.2 FMR en microhilos con diámetro cercano a la micra

La Figura 5.8 muestra los perfiles de absorción (curvas en rojo) del modo $n=1$ calculados a 70 GHz para un hilo de Fe a 70 GHz. Se puede ver como para hilos *bulk* ($a=50 \mu\text{m}$) el comportamiento análogo al del modo $n=0$, mientras que a medida que disminuye el radio del hilo el pico de absorción se desplaza hacia campos más bajos y para $a=250 \text{ nm}$ está ya situado en la condición de Kittel para un cilindro (ecuación (5.32)). Por lo tanto, en la nanoescala [18] (y en microhilos con radio suficientemente pequeño) esta será la condición de resonancia aplicable.

5.2.3 Condición de resonancia: del micro al nanohilo

La Figura 5.9 muestra los perfiles de absorción de un microhilo de $0.75 \mu\text{m}$ de radio medidos a 69.7 y 49.1 GHz en función de la amplitud del campo eléctrico de microondas. En ambos casos se observa que el modo $n=0$ se excita intensamente cuando el campo eléctrico de microondas es máximo a lo largo del eje del hilo (curvas rojas). Sin embargo, este modo de absorción “metálico” pierde gradualmente intensidad a medida que disminuye la amplitud del campo eléctrico y desaparece totalmente cuando el campo magnético de microondas es máximo en el hilo ($e=0$ en Figura 5.9(a), curva morada).

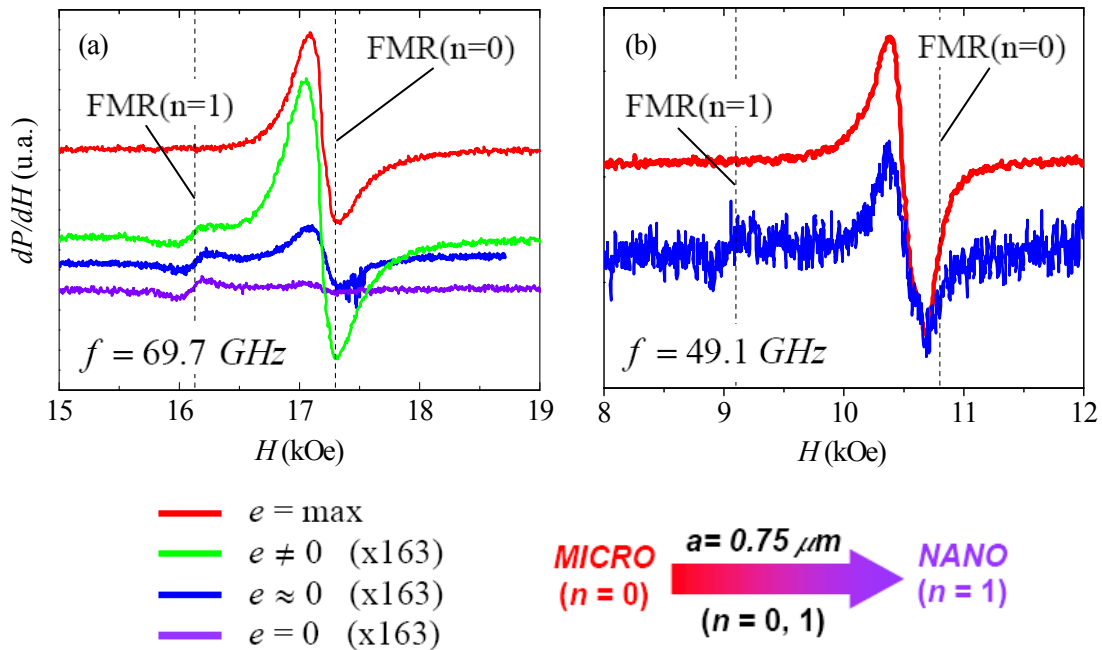


Figura 5.9 Derivadas de los perfiles de absorción en función de la amplitud e del campo eléctrico de microondas en un microhilo de FeSiBP de $0.75 \mu\text{m}$ de radio y longitud $l=1.5 \text{ mm}$ a 69.7 GHz (a) y 49.1GHz (b) (campo de modulación: 3 Oe a 95 kHz). Las líneas verticales señalan la posición de la FMR para los modos $n=0,1$ calculadas a partir de las ecuaciones (5.30) y (5.32) considerando: $\mu_0 M_S=1.55 \text{ T}$, $g=2.09$.

Sin embargo, lo más notable de los experimentos de FMR realizados en este hilo con radio próximo a la nanoescala es que proporcionan claras evidencias de la excitación del modo de absorción “aislante” $n=1$: al disminuir la amplitud del campo e en la Figura 5.9 aparece una absorción adicional muy débil (nótese el factor de amplificación) en la posición dada por la condición de resonancia de un cilindro. La posición de ambas absorciones en campo coincide bien con la calculada a partir de las correspondientes ecuaciones asumiendo valores razonables de M_s y g (señaladas con línea continua en la Figura 5.9 y comparadas en la Tabla 5.3).

f (GHz)	absorción	experimental (kOe)	calculado (kOe)
69.7	FMR ($n=0$)	17.2	17.4
	FMR ($n=1$)	16.1	16.1
49.1	FMR ($n=0$)	10.5	10.8
	FMR ($n=1$)	9.0	9.1

Tabla 5.3 Comparación del campo de FMR para los modos de absorción $n=0,1$ obtenidos a partir de los resultados experimentales de la Figura 5.9 con los calculados a partir de las correspondientes ecuaciones (5.30) y (5.32) asumiendo: $\mu_0 M_s = 1.55$ T, $g = 2.09$.

En definitiva, se acaba de demostrar teórica y experimentalmente que para interpretar adecuadamente los espectros de absorción de un hilo conductor ferromagnético debe tenerse en cuenta de manera simultánea las dimensiones transversales del hilo, la simetría del campo excitador de microondas y la longitud de penetración magnética/no magnética. Existen por tanto dos modos de absorción: un modo “metálico” $n=0$ característico de hilos *bulk* cuya condición de FMR es la de una lámina delgada y un modo “aislante” $n=1$ propio de la nanoescala con una condición de FMR dada por la de un cilindro. Sus condiciones de excitación son muy diferentes y sus características se resumen en la Tabla 5.4.

modo	condición FMR/FMAR	excitado intensamente	comentarios
$n=0$ “metálico”	FMR: $\omega / \gamma = \sqrt{H_{eff}(H_{eff} + 4\pi M_s)}$ FMAR: $\omega / \gamma = H_{eff} + 4\pi M_s$	hilo a lo largo de e_{max}	característico de hilos <i>bulk</i> relacionado con Magnetoimpedancia δ juega el papel fundamental
$n=1$ “aislante”	FMR: $\omega / \gamma = H_{eff} + 2\pi M_s$ ($a \leq \delta_0$)	hilo en h_{max} ($e=0$)	característico de la nanoescala

Tabla 5.4 Resumen de las características de los modos de absorción que se pueden excitar en un hilo conductor ferromagnético.

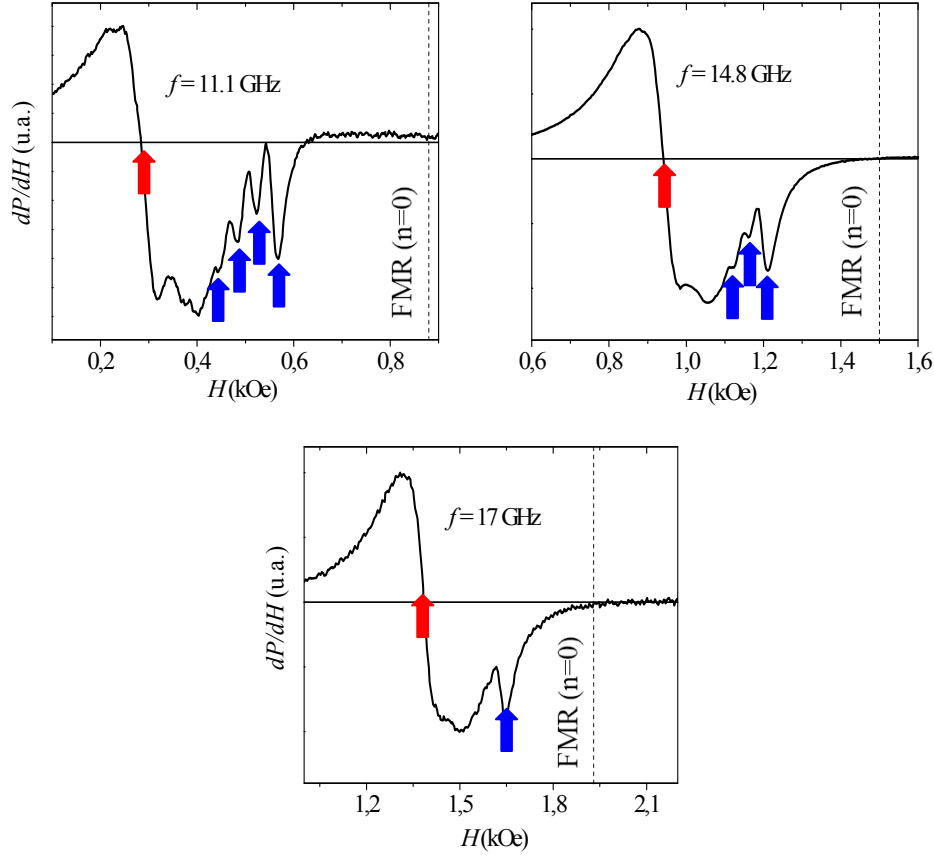


Figura 5.10 Derivadas de los perfiles de absorción en un microhilo de FeSiBP de $0.75 \mu\text{m}$ de radio y longitud $l=7 \text{ mm}$ en bandas X y Ku (campo de modulación: 5 Oe a 30 Hz). El hilo está situado a lo largo de un máximo de campo eléctrico de microondas y no está completamente saturado en resonancia para estas frecuencias. Las líneas verticales señalan la posición de la FMR para el modo $n=0$ calculada a partir de la ecuación (5.30) considerando: $\mu_0 M_S=1.55 \text{ T}$, $g=2.09$.

Por último, y con el objeto de ilustrar lo mucho que se pueden complicar los espectros de FMR cuando se realizan experimentos en muestras no completamente saturadas, se presentan en la Figura 5.10 experimentos de FMR en bandas X y Ku para un microhilo de Fe de $0.75 \mu\text{m}$ de radio. A estas frecuencias, la FMR aparece a unos campos H en los que el hilo no está completamente saturado (ver el correspondiente ciclo $M-H$, Figura 3.5(a)). Se trata de un espectro complejo compuesto por una resonancia principal (señalada en rojo) y varias líneas de absorción equiespaciadas dentro de la misma (señaladas en azul) que desaparecen gradualmente a medida que la frecuencia aumenta y se alcanza por tanto una mejor saturación en el material. Además, la posición calculada para la resonancia del modo $n=0$ (en línea discontinua) no coincide con ninguna característica espectral. Queda por tanto claro que la interpretación de un espectro de este tipo en términos de teorías que asumen muestras saturadas como [13] es difícil, si no imposible. En el siguiente apartado se van a analizar algunos problemas relacionados con la FMR en muestras no saturadas.

5.3 FMR en microhilos bifásicos

Los microhilos bifásicos pueden ser considerados como un “micro-cable coaxial” en el que tanto el conductor interno (núcleo amorfo) como el externo (recubrimiento policristalino) son materiales magnéticos (ver Figura 5.11). Su impedancia característica viene dada por:

$$Z_0 = \frac{138 \Omega}{\sqrt{\epsilon_r}} \log \frac{b}{a} \quad (5.33)$$

donde ϵ_r es la permeabilidad relativa del Pyrex, a es el radio del conductor magnético interno, b es el radio interno del conductor magnético externo y t es su espesor. Z_0 es fácilmente ajustable a 50Ω en estos sistemas ya que la técnica de fabricación empleada permite variar con facilidad las dimensiones y, por lo tanto, pueden ser útiles en el campo de la ingeniería de microondas.

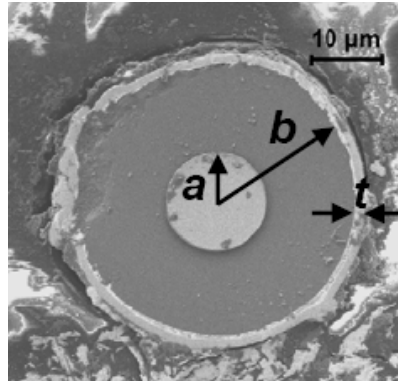


Figura 5.11 Imagen SEM de un corte transversal de un microhilo bifásico. Desde un punto de vista de microondas el sistema puede ser considerado como un “micro-cable coaxial magnético”. a es el radio del conductor magnético interno (núcleo amorfo), b es el radio interno del conductor magnético externo (recubrimiento policristalino), y t su espesor. El dieléctrico es un vidrio de Pyrex de espesor $t_g=b-a$.

Además, la atenuación en la micro-línea coaxial es sintonizable mediante campo magnético debido a la presencia de las dos fases magnéticas. Esta característica general de estos sistemas multicapa los convierten en bastante versátiles de cara a un control de la señal y han sido estudiados en forma de lámina delgada [27],[28] e hilo [11],[29],[30].

Los trabajos publicados sobre FMR en microhilos bifásicos [11],[29] son bastante recientes y se han centrado en un sistema formado por un núcleo amorfo de Fe/CoFe, rodeado por un recubrimiento de CoNi mucho más duro. El dispositivo de medida empleado es un sistema de medida de la impedancia a frecuencia de microondas: un analizador de redes de microondas con un portamuestras adecuadamente diseñado [11],[31] que hace pasar una corriente de alta frecuencia por el núcleo amorfo exclusivamente. En el caso del sistema blando/duro con núcleo de CoFe y recubrimiento de CoNi se han observado dos absorciones resonantes (ver Figura 5.12(a)).

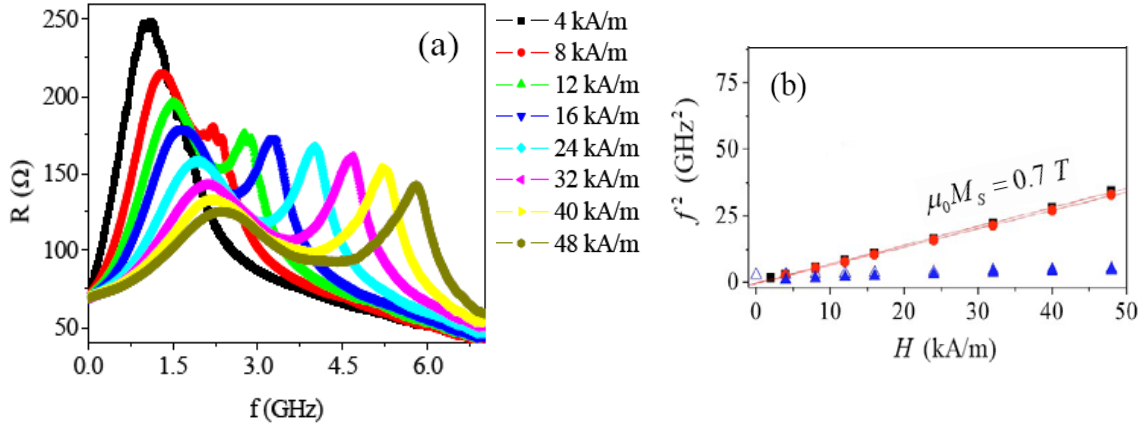


Figura 5.12 (a) Evolución del espectro de resistencia en función del campo magnético aplicado para un microhilo bifásico blando/duro CoFe/CoNi. $a=8.5 \mu\text{m}$, $b=20.5$, $t=3 \mu\text{m}$, $l=6 \text{ mm}$. (b) Condición de resonancia para las dos absorciones presentes en (a). Los círculos rojos corresponden a la que aparece a más alta frecuencia y los triángulos azules a la que aparece a baja frecuencia, mientras que los cuadrados negros representan la respuesta del núcleo de CoFe sin recubrimiento de CoNi. Las líneas continuas representan un ajuste de acuerdo a la ecuación (5.30), suponiendo $4\pi M_S \gg H, H_k$. (Fuente: [11])

Como se puede apreciar en la Figura 5.12(b), la absorción que aparece a más alta frecuencia (círculos rojos) sigue la condición de resonancia de Kittel para una lámina delgada: una línea recta en un diagrama f^2 vs H dada por la ecuación (5.30) suponiendo $4\pi M_S \gg H, H_k$ (recuérdese que, de acuerdo a lo discutido en el apartado anterior, esta es la condición esperable para hilos de estas dimensiones medidos en estas condiciones experimentales). El ajuste lineal de los resultados (línea roja) proporciona una imanación de saturación $\mu_0 M_S = 0.7 \text{ T}$, que permite adscribirla de manera clara a la respuesta del núcleo amorfo de CoFe. Sin embargo, la absorción a baja frecuencia no sigue la condición de Kittel para una lámina delgada (triángulos azules). Este hecho ha sido achacado en [11] y [29] a una falta de saturación del recubrimiento de CoNi para los campos H aplicados en los experimentos. Esta afirmación es bastante discutible ya que, como se acaba de comprobar, los experimentos de FMR en un estado no saturado pueden originar resultados difíciles de interpretar en términos de teorías que asumen muestras saturadas como la de Kittel [13].

El objeto de este apartado será por tanto aclarar el origen de esta absorción a baja frecuencia que se comporta de manera extraña con el campo magnético aplicado. Para ello se van a realizar experimentos análogos a los anteriores en un sistema muy similar: microhilos de CoFe con la misma composición que en [11], radio $a=7 \mu\text{m}$ y tres espesores de Pyrex diferentes ($t_g=2.5, 8$ y $14 \mu\text{m}$), pero rodeados por un recubrimiento extremadamente blando de Permalloy de espesor $t=2.5 \mu\text{m}$ (ver ciclos $M-H$ de los apartados 3.2.3 y 3.3). Como se vio en el Capítulo 3, el acoplamiento entre las fases magnéticas es débil y resulta por tanto un sistema idóneo para estudiar su respuesta por separado. Se ha empleado la técnica de FMR y el sencillo portamuestras descrito en el apartado 2.4.5.b. en hilos de longitud $l=5 \text{ mm}$ con ambos extremos libres de recubrimiento magnético externo.

5.3.1 Origen de las absorciones múltiples. Microhilos CoFe/FeNi

Parece conveniente mostrar antes de nada la evolución del espectro de resonancia con el campo magnético externo para el microhilo de CoFe de partida (sin recubrimiento de Permalloy). Aunque es un resultado conocido [11], sirve para despejar cualquier duda acerca del portamuestras empleado en las medidas y será el punto de partida de posteriores argumentaciones. Los resultados obtenidos, sin realizar ninguna corrección para obtener la impedancia intrínseca [31], se presentan en las Figuras 5.13(a) y (b). Como puede verse, son excelentes y el ajuste a la condición de resonancia (5.30) proporciona valores de H_k y $4\pi M_s$ plenamente consistentes para este núcleo amorfo de CoFe [11] (ver Figura 5.13(c)). La condición de FMR será nuevamente el principal objeto de discusión.

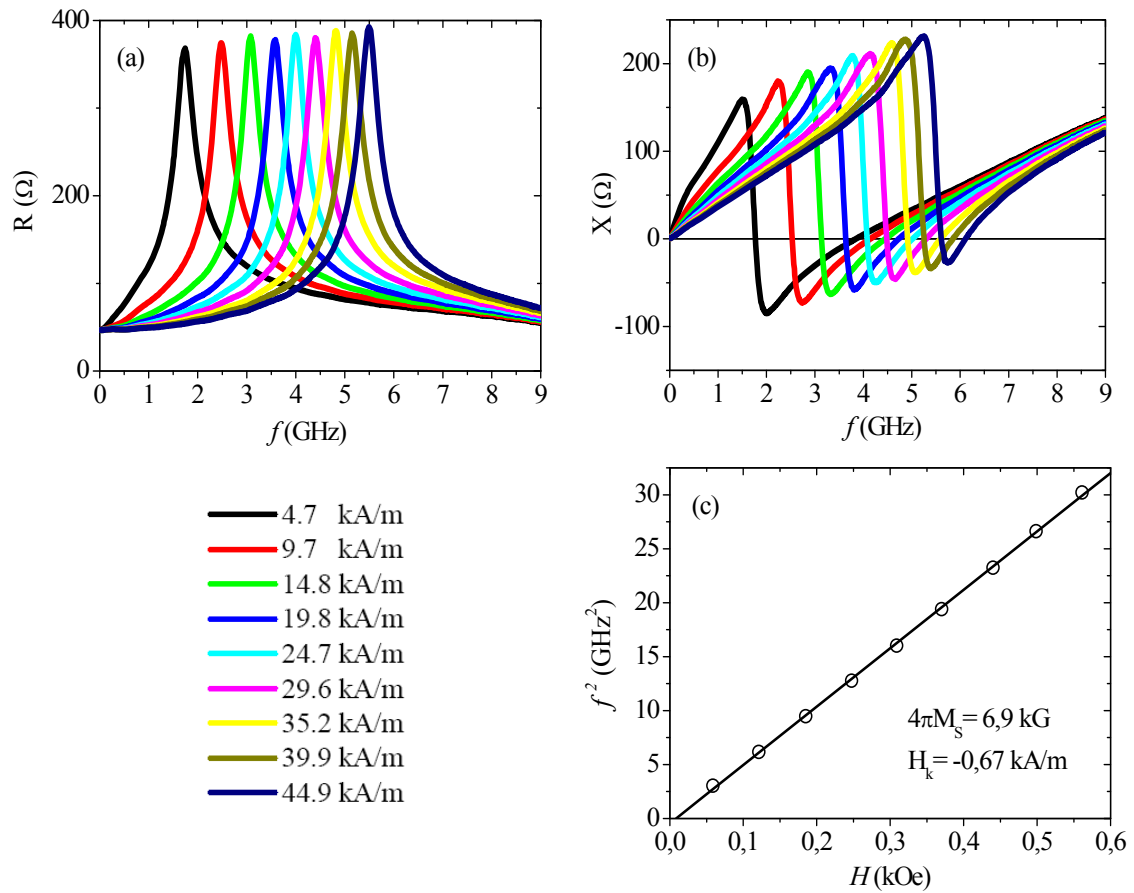


Figura 5.13 (a) y (b) Evolución del espectro de resonancia (parte real e imaginaria de la impedancia) con el campo magnético estático para un microhilo de CoFe de longitud $l=5$ mm, $a=7$ μm y con un espesor de Pyrex $t_g=14$ μm. La potencia de salida de microondas es -10 dBm. (c) La correspondiente condición de resonancia y ajuste de los resultados a la ecuación (5.30) suponiendo $4\pi M_s \gg H, H_k$.

5.3 FMR en microhilos bifásicos

La Figura 5.14(a) muestra el espectro de resistencia de un hilo bifásico de CoFe/FeNi con un espesor de FeNi de $2.5 \mu\text{m}$ (el resto de dimensiones son las mismas que las de la Figura 5.13). En este caso, ambas fases están completamente saturadas en el rango de campos H considerado. Conviene recordar que, como siempre en estos experimentos, la corriente de microondas que excita la FMR circula únicamente por el núcleo amorfo de CoFe (ver esquema de la Figura 5.14(c)), mientras que el recubrimiento blando de FeNi está conectado a tierra.

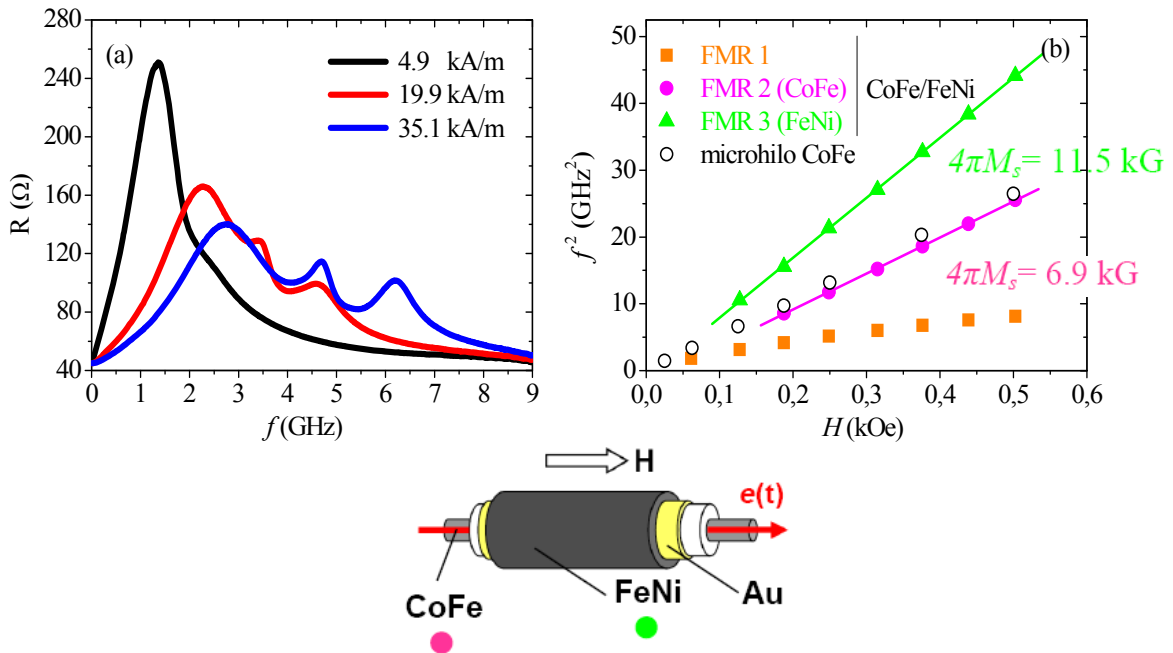


Figura 5.14 (a) Evolución del espectro de resistencia (parte real de la impedancia) con el campo magnético estático para un microhilo bifásico CoFe/FeNi con $l=5\text{mm}$, y $t=2.5 \mu\text{m}$, el resto de dimensiones son las mismas que en la Figura 5.13. La potencia de salida de microondas es -10 dBm . (b) La correspondiente condición de resonancia para las tres absorciones presentes en (a) y para el microhilo de partida de la Figura 5.13. Las líneas continuas representan un ajuste de los resultados a la ecuación (5.30) suponiendo $4\pi M_s \gg H, H_k$. El esquema muestra como la corriente de microondas se aplica de manera que circula solo a través del núcleo amorfo de CoFe.

Lo primero que llama la atención del espectro de absorción de este hilo bifásico con ambas fases saturadas es que existen tres absorciones resonantes que se desplazan con el campo H (FMR1, FMR2 y FMR3 de izquierda a derecha en la Figura 5.14(a)), frente a las dos que aparecían en el sistema blando/duro CoFe/CoNi estudiado en [11]. Para tratar de identificar estas tres absorciones se recurre de nuevo a la condición de resonancia representada en la Figura 5.14(b): FMR 2 (en rosa) coincide con la FMR del microhilo de CoFe de partida y por lo tanto se puede identificar con la respuesta del núcleo de CoFe en el hilo bifásico. Por otro lado, el ajuste lineal de la condición de resonancia para FMR3 (en verde) proporciona una imanación de saturación $4\pi M_s=11.5 \text{ kG}$, un valor que coincide perfectamente con el del Permalloy electrodepositado [32] y se puede asociar al recubrimiento externo blando de FeNi. Ambas resonancias son pues de origen puramente magnético. No obstante, en este sistema se mantiene

la absorción a baja frecuencia observada en [11] (FMR1 en Figura 5.14(b), en naranja) con lo que parece más que razonable pensar que no es debida a ninguno de los materiales magnéticos constituyentes del hilo bifásico. Como se comentó con anterioridad, en [11],[29] se asoció FMR1 al recubrimiento duro, pero lo que realmente ocurre en esos experimentos es que ni la frecuencia ni el campo aplicado son lo suficientemente elevados como para poder observar la FMR del recubrimiento de CoNi. Es por ello que solo se aprecian 2 de las 3 absorciones resonantes características de estos hilos bifásicos. Entonces: ¿Cuál es el origen de la absorción FMR1 a baja frecuencia? ¿Por qué se desplaza con el campo H si no es de origen magnético?.

Para responder a estas preguntas es necesario tener en cuenta el carácter capacitivo de estas estructuras bifásicas [33],[34]: el microhilo es un condensador cilíndrico (ver Figura 5.11) con una capacidad C dada por:

$$C = \frac{2\pi\epsilon_0\epsilon_r l}{\ln(b/a)} \quad (5.34)$$

Por lo tanto, el hilo forma junto con el sistema de medida un circuito resonante LRC que se representa esquemáticamente en la Figura 5.15 y que tiene por frecuencia de resonancia:

$$f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{L(H)C}} \quad (5.35)$$

donde $L(H)$ es la autoinducción de la estructura bifásica.

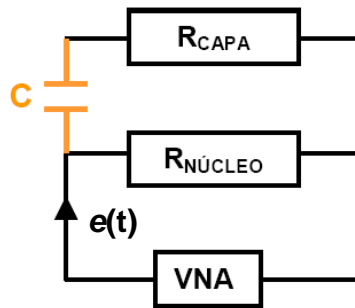


Figura 5.15 Esquema del circuito resonante LRC formado por el microhilo bifásico y el analizador de redes de microondas (VNA). $R_{NÚCLEO}$ representa la resistencia eléctrica del núcleo de CoFe y R_{CAPA} la del recubrimiento de FeNi, C es la capacidad del hilo bifásico.

Este circuito reproduce de manera cualitativa el comportamiento de FMR observado para el hilo bifásico de CoFe/FeNi. En primer lugar, explica porqué es posible observar la resonancia del recubrimiento magnético (FMR3) si en los experimentos realizados la corriente de microondas excita solo el núcleo amorfo. Lo que sucede de acuerdo a la Figura 5.15 es que la capacidad C (en naranja) cortocircuita núcleo y recubrimiento para frecuencias suficientemente elevadas, de manera que la corriente de microondas circula en realidad por ambos materiales magnéticos y excita sus respectivas resonancias (FMR2 y FMR3 en la Figura 5.14). Ahora bien, si esto es cierto resulta que el hilo bifásico está compuesto por dos resistencias en paralelo (una

5.3 FMR en microhilos bifásicos

mucho más grande que la otra puesto que para $l \approx 5$ mm: $R_{NÚCLEO} \approx 50 \Omega$ y $R_{CAPA} \approx 1-5 \Omega$, lo que implicaría que los valores de su espectro de resistencia deben reducirse bastante respecto al los del microhilo de CoFe de partida. Esto es justamente lo que se observa en la Figura 5.16, dónde se comparan a un campo H fijo los espectros de resistencia del microhilo de CoFe de partida (en negro), de este mismo hilo recubierto por una lámina delgada de Au (en rojo) y del hilo bifásico de CoFe/FeNi (en azul). En efecto, la resistencia de los hilos con recubrimiento metálico (magnético o no) es mucho más baja.

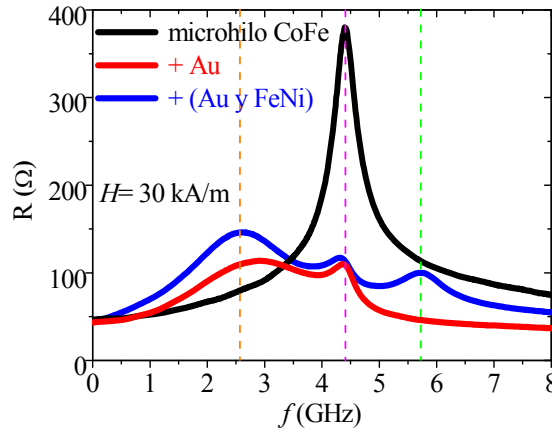


Figura 5.16 Comparación de los espectros de resistencia medidos a 30 kA/m para un microhilo de CoFe precursor (curva negra), para el mismo hilo recubierto de una lámina delgada de Au (curva azul) y para el microhilo bifásico CoFe/FeNi con $t=2.5 \mu\text{m}$ (curva roja). $l=5$ mm, el resto de dimensiones son las de la Figura 5.13. La potencia de salida de microondas es -10 dBm. Las líneas discontinuas verticales señalan la posición de FMR1, FMR2 y FMR3 de acuerdo al esquema de colores de la Figura 5.14.

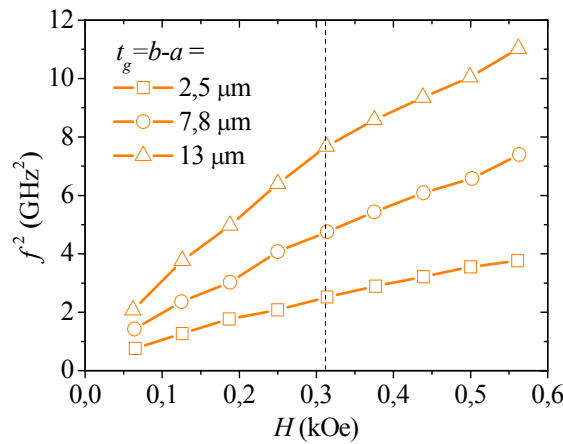


Figura 5.17 Dependencia de la condición de resonancia para FMR1 con el espesor del dieléctrico $t_g=b-a$ en un hilo bifásico de CoFe/FeNi con $l=5$ mm, $t=2.5 \mu\text{m}$, $a=7 \mu\text{m}$. La potencia de salida de microondas es -10 dBm. La línea discontinua vertical muestra como para un campo H dado la frecuencia de resonancia aumenta con el espesor t_g del dieléctrico de acuerdo a las ecuaciones (5.34) y (5.35).

Por otro lado, en la Figura 5.16 la resonancia FMR1 aparece ya en el caso de un recubrimiento no magnético de Au (curva roja), lo que nuevamente apoya la idea de que no es de origen magnético. Esta resonancia se desplaza con el campo H debido a que la frecuencia de

resonancia del circuito RLC asociado (ecuación 5.35) depende de L y esta a su vez depende del campo magnético H .

La dependencia de FMR1 con las dimensiones del microhilo es el punto definitivo que confirma su origen capacitivo. En la Figura 5.17 se representa la condición de resonancia para FMR1 en tres hilos bifásicos con diferente espesor de Pyrex t_g y el resto de sus dimensiones constantes ($l=5\text{mm}$, $t=2.5\text{ }\mu\text{m}$, $a=7\text{ }\mu\text{m}$). Se observa que, para un campo H dado, la frecuencia de resonancia aumenta al aumentar el espesor del dieléctrico. Esto es debido a que la capacidad C disminuye al aumentar el espesor del dieléctrico (ver ecuación (5.34)) y f_r aumenta en consecuencia (ecuación (5.35)). Simular este comportamiento sería bastante complicado ya que la dependencia $L(H)$ en la ecuación (5.35) no es en absoluto sencilla.

5.4 MI en microhilos bifásicos

El comportamiento de Magnetoimpedancia (MI) en multicapas magnéticas está afectado por las interacciones de canje [35] o dipolares [10] presentes en estos sistemas que, dependiendo de los materiales empleados, pueden originar una respuesta asimétrica (AMI) [36] muy útil desde un punto de vista práctico ya que permite obtener un comportamiento lineal entorno a $H=0$ sin necesidad de aplicar corriente [37] o utilizar circuitos externos [38]. Este efecto de MI polarizada ha sido estudiado en microhilos bifásicos, nuevamente en un sistema blando/duro CoFe/CoNi [10]. La fuerte interacción magnetoestática existente en este caso desplaza las curvas de MI de núcleo amorfo de CoFe (ver Figura 5.18) que, además, se convierten en asimétricas dependiendo del sentido de preimanección del recubrimiento duro de CoNi.

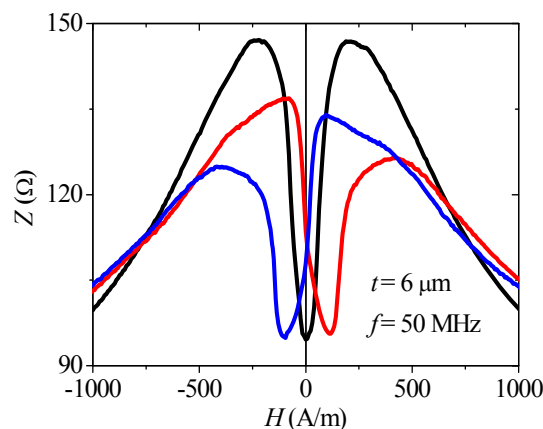


Figura 5.18 Respuesta de MI a 50 MHz del núcleo de CoFe en un microhilo bifásico de CoFe/CoNi con $t=6\text{ }\mu\text{m}$ en función de la configuración magnética del recubrimiento duro de CoFe: desimaneado (negro), preimaneado positivamente (rojo) y preimaneado negativamente (azul). $l=6\text{ mm}$, $a=8.7\text{ }\mu\text{m}$, $t_g=12\text{ }\mu\text{m}$. (Fuente [10]).

En el apartado 3.2.3 se estudió como la interacción dipolar se manifestaba de manera completamente diferente en un sistema blando/blando Fe/FeNi y se comprobó como su comportamiento de *switching* estaba determinado por la intensa interacción magnética entre ambas fases. En este apartado se analizará como afecta este acoplamiento dipolar a la respuesta de MI del núcleo amorfo de Fe. Para ello, se ha utilizado el puente RLC y el portamuestras descritos en el punto 2.4.4 en hilos de 10 mm de longitud con ambos extremos libres de recubrimiento magnético externo. El esquema de medida es por tanto como el de la Figura 5.14.

5.4.1 Efecto polarizador en microhilos Fe/FeNi

La Figura 5.19 muestra el comportamiento de MI a 200 MHz del núcleo de Fe en un microhilo de Fe/FeNi en función del espesor t del recubrimiento de Permalloy. El hilo sin recubrir ($t=0$, Figura (a)) presenta el comportamiento bien conocido para muestras de magnetostricción positiva: “pico sencillo” en $H=0$. Sin embargo, en presencia de recubrimiento de FeNi (Figuras (b)-(d)) la respuesta pasa a ser de “pico doble” (similar a las de las aleaciones de CoFe) en un valor de campo H que aumenta progresivamente con t según muestra la Figura 5.20(a). Este comportamiento es el mismo independientemente de la frecuencia de medida empleada.

Se debe explicar porque el recubrimiento de FeNi produce una transición de “pico sencillo” a “pico doble” en la MI. En principio cabría pensar que fuera debido a un acoplamiento magnetostrictivo debido a las tensiones inducidas por el FeNi en el núcleo amorfo de Fe. Sin Este efecto queda totalmente descartado a la vista del comportamiento estático descrito en el apartado 3.2.3.b: el núcleo de Fe mantiene su carácter biestable en presencia del recubrimiento (ver Figura 3.17), que por otro lado crea un intenso campo *bias* H_b en el núcleo de Fe que aumenta con el espesor t . Por lo tanto, este acoplamiento debe ser el responsable del “doble pico” de MI observado en la Figura 5.19.

La explicación de los resultados es pues análoga al caso estático: El recubrimiento de FeNi produce un campo desimanador H_b que se cierra en parte por el interior del núcleo de Fe y que se opone en todo momento al campo H aplicado. Este H_b debe ser compensado y por ello el “pico simple” de MI en $H=0$ se desplaza a $H>0$ y $H<0$. Si esto es cierto, la intensidad de H_b debe coincidir con la posición del “doble pico” de MI representada en la Figura 5.20(a). El campo H_b se ha calculado en este caso numéricamente mediante el método de los elementos finitos [39]. Los resultados se presentan en la Figura 5.20(b) para distintos espesores t del recubrimiento en función de la permeabilidad relativa μ_r del núcleo amorfo. Esta figura proporciona una idea del campo H_b que experimenta el núcleo de Fe: para μ_r moderadas (10-100): habrá un campo desimanador del orden del kA/m que aumenta a medida que lo hace el

espesor. Esta tendencia explicaría claramente los resultados experimentales de la Figura 5.20(a) y por tanto el comportamiento de MI en estos hilos bifásicos blando/blando.

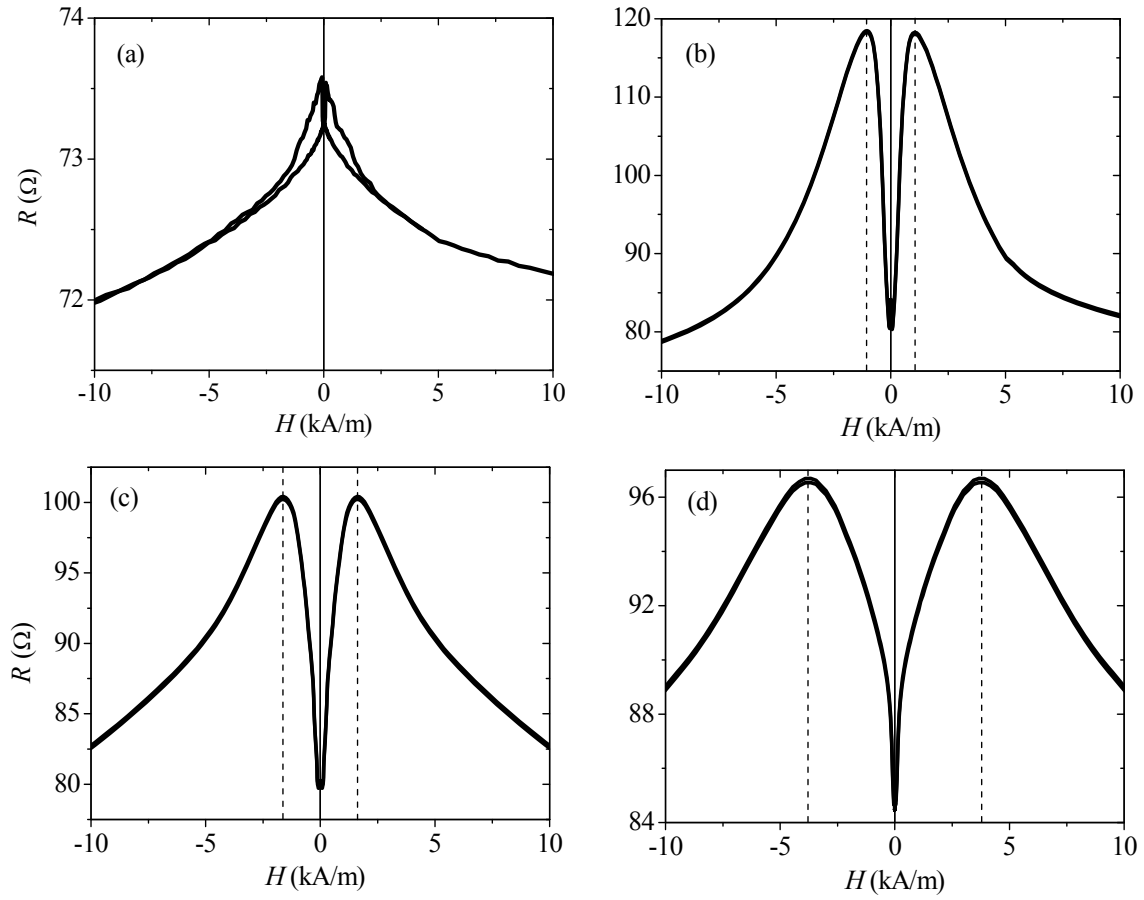


Figura 5.19 Respuesta de MI a 200 MHz del núcleo de Fe en un microhilo bifásico de Fe/FeNi en función del espesor t del recubrimiento blando de FeNi; (a) $t=0 \mu\text{m}$, (b) $t=1.5 \mu\text{m}$ (c) $t=3.5 \mu\text{m}$ (d) $t=5.5 \mu\text{m}$. Las líneas verticales discontinuas señalan la posición en campo del doble pico de MI. $l=10 \text{ mm}$, $a=7 \mu\text{m}$, $t_g=8 \mu\text{m}$.

Solo resta estimar el valor de la permeabilidad del núcleo de Fe. Para ello se puede recurrir a su espectro de FMR, que se muestra en la Figura 5.21. Los resultados experimentales (círculos negros) se van a ajustar utilizando la ecuación usual de la MI que, recordando la expresión (5.29), se puede escribir:

$$Z(f) \equiv \frac{V}{I} = \frac{l}{2\pi a} \eta_0 = R_{DC} \frac{ka}{2} \frac{J_0(ka)}{J_1(ka)} \quad (5.36)$$

donde:

$$k = \sqrt{-i\omega \mu(\omega) / \rho} \quad (5.37)$$

$$\mu(\omega) = \frac{\mu_r}{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_r}\right)^2 + 2i\omega \frac{\Delta\omega}{\omega_r^2}} \quad (5.38)$$

5.4 MI en microhilos bifásicos

La frecuencia de resonancia ω_r se obtiene directamente de los resultados experimentales mientras que el ancho de línea $\Delta\omega$ y μ_r se obtienen del ajuste a la ecuación (5.36). El parámetro de interés es la permeabilidad relativa μ_r , ya que es el necesario para justificar la posición del doble pico de MI. A partir del ajuste representado en línea roja en la Figura 5.21 se obtiene un valor de la permeabilidad relativa $\mu_r=21$ que, como puede verse en la Figura 5.20(b), crea un campo H_b que justifica plenamente la posición del doble pico de MI (Figura 5.20 (a)).

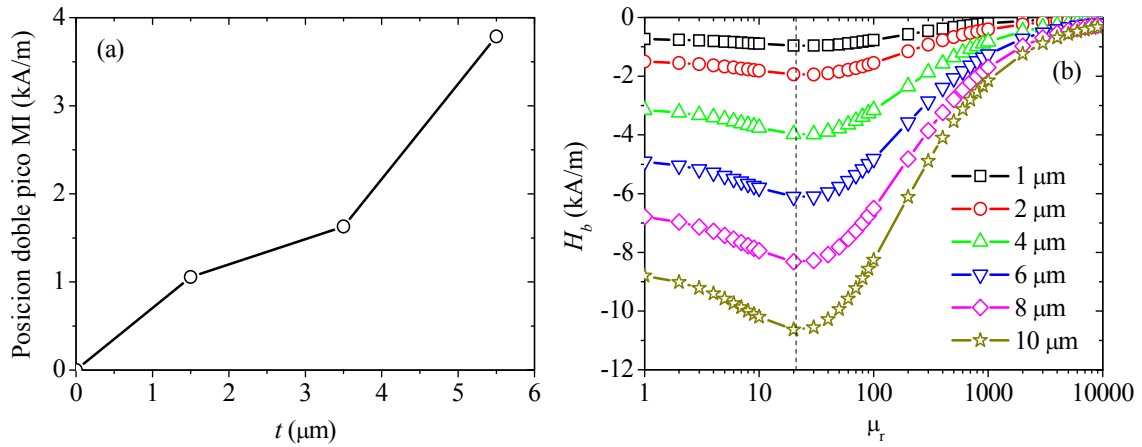


Figura 5.20 (a) Dependencia de la posición del doble pico de MI del núcleo de Fe en un microhilo bifásico de Fe/FeNi en función del espesor t del recubrimiento de FeNi (obtenida de la Figura 5.19). (b) Simulación mediante el método de elementos finitos [39] del campo desmagnetizador H_b producido por un recubrimiento de FeNi de espesor t ($\mu_0 M_S = 1.1$ T) en el núcleo de Fe (a $100 \mu\text{m}$ de uno de sus extremos) en función de su permeabilidad relativa μ_r . La línea discontinua señala H_b ($\mu_r = 21$).

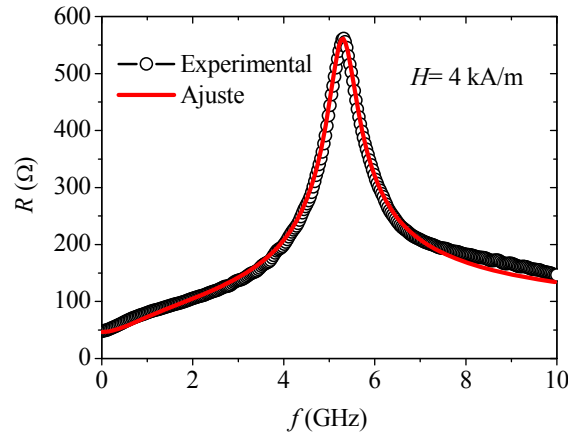


Figura 5.21 Espectro de resistencia (parte real de la impedancia) para un microhilo de Fe con las mismas dimensiones que los de la Figura 5.19. El campo magnético estático aplicado es de 4 kA/m. La línea roja representa un ajuste experimental de los resultados para $\mu_r=21$ de acuerdo a la ecuación (5.29).

5.5 Conclusiones

En la primera parte de este capítulo se han analizado algunos aspectos clave del comportamiento de FMR en un cilindro conductor ferromagnético con una o dos fases magnéticas que no estaban del todo claros en la literatura. Se puede concluir en primer lugar que para interpretar correctamente los espectros de FMR es necesario considerar de manera conjunta las dimensiones transversales del hilo, la simetría del campo excitador de microondas y la longitud de penetración magnética/no magnética. En esta línea, se ha mostrado tanto teórica como experimentalmente que son posibles dos modos de absorción en el hilo: las muestras *bulk* satisfacen la condición de Kittel para una lámina delgada, mientras que esta evoluciona hacia la condición de resonancia de un cilindro cuando el diámetro del hilo se aproxima a la nanoescala. Por otro lado, se ha visto que los microhilos bifásicos pueden ser componentes útiles en circuitos de microondas y que es necesario considerar el carácter capacitivo intrínseco de estas estructuras multicapa a la hora de analizar sus múltiples absorciones resonantes.

Respecto al comportamiento de MI en microhilos bifásicos, se ha mostrado como el acoplamiento dipolar existente entre un núcleo y un recubrimiento blandos permite controlar de manera efectiva la respuesta de MI de una manera completamente diferente a la característica de un sistema blando/duro.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Nonlinear magnetoimpedance and parametric excitation of standing spin waves in a glass-covered microwire” L. Kraus, M. Vázquez, **G. Infante**, G. Badini-Confalonieri, J. Torrejón, *Appl. Phys. Lett.* **94** (2009) 062505
- “Microwave behaviour of CoFe-based single and two-phase microwires” R. El kammouni, **G. Infante**, J. Torrejón, M. Britel, J. Brigui, M. Vázquez, aceptado en *Phys. Stat. Sol. (a)*
- “Ferromagnetic resonance in very thin wires” L. Kraus, **G. Infante**, Z. Frait, M. Vázquez, en preparación

5.6 Referencias

- [1] D. D. Stancil, A. Prabhakar, *Spin waves. Theory and applications*, Springer (2009) 263
- [2] P. Krivosik, S. S. Kalarickal, N. Mo, S. Wu, C. E. Patton, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 052509
- [3] C. Nistor, K. Sun, Z. Wang, M. Wu, C. Mathieu, M. Hadley, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 012504
- [4] Y. Y. Song, C. L. Ordoñez-Romero, M. Wu, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 142506
- [5] A. Yelon, D. Ménard, M. Britel, P. Ciureanu, *Appl. Phys. Lett.* **69** (1996) 3084-3085
- [6] B. D. Popovic, *Skin effect and circuit concepts en Introductory Engineering Electromagnetics*, Addison-Wesley (1971)
- [7] Aichi Micro Intelligent Corporation: <http://www.aichi-mi.com/>
- [8] D. P. Makhnovskiy, L. V. Panina, C. García, A. P. Zhukov, J. González, *Phys. Rev. B* **74** (2006) 064205
- [9] H. García-Miquel, J. Carbonell, E. V. Boria, J. Sánchez-Dehesa, *Appl. Phys. Lett.* **94** (2009) 054103
- [10] J. Torrejón, M. Vázquez, L. V. Panina, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 033911
- [11] J. Torrejón, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 023913
- [12] L. Kraus, *Czech. J. Phys. B* **32** (1982) 1264
- [13] C. Kittel, *Phys. Rev.* **73** (1948) 155-161
- [14] D. S. Rodbell, *J. Appl. Phys.* **30** (1959) 1845-1846
- [15] Z. Frait, D. Fraitová, *Spin wave resonance in metals en Spin waves and Magnetic Excitations 2*, Elsevier (1988)
- [16] M. R. Britel, D. Ménard, L. G. Melo, P. Ciureanu, A. Yelon, R. W. Cochrane, M. Rouabhi, B. Cornut, *Appl. Phys. Lett.* **77** (2000) 2737-2739
- [17] S. E. Lofland, H. García-Miquel, M. Vázquez, S. M. Bhagat, *J. Appl. Phys.* **92** (2002) 2058-2063
- [18] R. Arias, D. L. Mills, *Phys. Rev. B* **63** (2001) 134439
- [19] W. S. Ament, G. T. Rado, *Phys. Rev.* **94** (1954) 1411
- [20] G. T. Rado, J. R. Wertman, *J. Phys. & Chem. Solids.* **11** (1959) 315-333
- [21] M. Knobel, M. Vázquez, L. Kraus, *Giant Magnetoimpedance en Handbook of Magnetic Materials*, Elsevier (2003)
- [22] L. Kraus, M. Jirsa, *J. Magn. Magn. Mater.* **44** (1984) 292-298
- [23] H. Chiriac, C. N. Colesniuc, T. O. Óvari, *IEEE Trans. Magn.* **35** (1999) 3841-3843
- [24] H. Chiriac, N. Lupu, A. M. Fecioru, T. A. Óvari, *J. Magn. Magn. Mater.* **290-291** (2005) 857-860
- [25] H. Chiriac, T. A. Ovari, S. Corodeanu, G. Ababei, *Phys. Rev. B* **76** (2007) 214433
- [26] O. Khomoto, *Mat. Sci. Eng. A* **449-451** (2007) 394-396
- [27] B. K. Kuanr, D. L. Marvin, D. L. Marvin, T. M. Christensen, R. E. Camley, Z. Celinski, *Appl. Phys. Lett.* **87** (2005) 222506
- [28] S. W. McKnight, C. Vittoria, *Phys. Rev. B* **36** (1987) 8574-8581
- [29] J. Torrejón, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **43** (2010) 145001
- [30] Y. Y. Au, S. Ingvarsson, *J. Appl. Phys.* **106** (2009) 083906
- [31] D. Menard, M. Britel, P. Ciureanu, A. Yelon, *J. Appl. Phys.* **84** (1998) 2805-2814
- [32] H. García-Miquel S. M. Bhagat, S. E. Lofland, G. V. Kurlyandskaya, A. V. Svalov, *J. Appl. Phys.* **94** (2003) 1868-1872
- [33] V. Raposo, M. Vázquez, A. G. Flores, M. Zazo, J. I. Íñiguez, *Sens. Actuators A* **106** (2003) 329-332
- [34] Z. M. Wu, Z. J. Zhao, L. P. Liu, H. Lin, J. K. Cheng, J. X. Yang, X. L. Yang, *IEEE Trans. Magn.* **43** (2007) 3146-3148
- [35] C. García, J. M. Florez, P. Vargas, C. A. Ross, *Appl. Phys. Lett.* **96** (2010) 033911
- [36] L. V. Panina, *J. Magn. Magn. Mater.* **249** (2002) 278-287
- [37] L. Kraus, Z. Frait, K. Pirota, H. Chiriac, *J. Magn. Magn. Mater* **254** (2003) 399-403
- [38] K. Mohri, T. Uchiyama, L. P. Shen, C. M. Cai, L. V. Panina, Y. Honkura, M. Yamamoto, *IEEE Trans. Magn.* **38** (2002) 3063-3068
- [39] *Software de elementos finitos FEEM*: <http://www.femm.info/wiki/HomePage>

6. FLUXGATES ORTOGONALES BASADOS EN MICROHILOS

6.1. Introducción

6.1.1. *Fluxgates, fluxgates ortogonales y coil-less fluxgates*

6.2. Optimización de las características de los sensores. Microhilos Cu/FeNi

6.2.1. Reducción de la corriente de saturación

6.2.2. Microhilos con anisotropía helicoidal incorporada

6.3. Conclusiones

6.4. Referencias

6.1 Introducción

Se ha hablado mucho a lo largo de esta tesis acerca de las aplicaciones de los microhilos magnéticos en sus variantes mono y bifásicas. Este capítulo final está dedicado a una de ellas que es especialmente importante: los sensores de campo magnético.

La demanda de dispositivos sencillos, fáciles de miniaturizar y de integrar es una constante en la industria actual. Siguiendo esta línea, este capítulo está dedicado a un nuevo sensor de campo magnético de tipo *fluxgate*¹ ortogonal que tiene como núcleo un microhilo de Cu con recubrimiento blando de FeNi electrodepositado a su alrededor. Al contrario que en un *fluxgate* clásico, el voltaje de salida se toma directamente de los extremos del hilo sin necesidad de emplear bobinas detectoras. Además, este sensor ortogonal tampoco requiere bobina excitadora. Estas características lo convierten en un ejemplo de sencillez y elevada miniaturización. Como veremos, el principio físico de este *coil-less fluxgate* está basado en la presencia de anisotropía helicoidal en el recubrimiento de FeNi.

El trabajo ha sido realizado conjuntamente con el Dr. M. Butta perteneciente al Laboratorio de Sensores y Magnetismo de la Universidad Técnica en Praga (CTU) y ha dado lugar a una patente Europea. En el marco de esta colaboración, la tarea del ICMM/CSIC se ha centrado en un aspecto fundamental: la obtención de núcleos de partida con propiedades magnéticas optimizadas para su uso en este tipo de *fluxgates*. Las técnicas de extracción de la señal han sido aspectos realizados por el grupo de investigación Checo dirigido por el Prof. P. Ripka. De esta manera, los puntos esenciales de este capítulo se refieren a la elección del núcleo de partida más adecuado, así como al estudio de las condiciones de electrodeposición del recubrimiento magnético.

Para poder identificar las características que deben tener los núcleos magnéticos de este tipo de sensores es imprescindible conocer su fundamento físico. Es lo que se expone a continuación.

¹Con el fin de abreviar, en este capítulo se utilizarán los términos *fluxgate* y *coil-less fluxgate* para hacer referencia a un sensor *fluxgate* y a un sensor *fluxgate* sin bobinas, respectivamente. Este tipo de sensores son también conocidos como de núcleo saturado.

6.1.1 Fluxgates, fluxgates ortogonales y coil-less fluxgates

▪ Fluxgate paralelo

Los *fluxgates* [1] son considerados como los mejores sensores vectoriales de campo magnético a temperatura ambiente. Miden la amplitud y dirección de un campo magnético continuo o alterno de baja frecuencia del orden de 10^{-10} - 10^{-4} T con una resolución de 0.1-10 nT. Su principal ventaja frente a otros sensores ampliamente utilizados como los magnetoresistivos (AMR, GMR) es su excelente estabilidad térmica: es fácil conseguir variaciones térmicas en la sensibilidad de 30 ppm/K y *offset* de 0.1 nT/K, mientras que cualquier otro sensor vectorial de estado sólido presenta valores al menos un orden de magnitud mayores. Además, ambos tipos de sensores emplean una circuitería parecida (ya que es necesario saturar sus núcleos) de manera que no existen diferencias excesivas en términos de consumo de potencia. Tan solo los SQUIDS son sensores vectoriales más sensibles. El principal inconveniente de los *fluxgates* es que su tamaño y su precio son relativamente elevados.

Los *fluxgates* comenzaron a desarrollarse en los años 30 [2] y desde entonces han tenido y tienen numerosas aplicaciones entre las que destacan fundamentalmente las militares, el geomagnetismo, la investigación espacial y su uso como brújula electrónica. También se pueden encontrar aplicaciones en detección de vehículos, sensores de corriente, caracterización no destructiva de materiales y, más recientemente, en medicina.

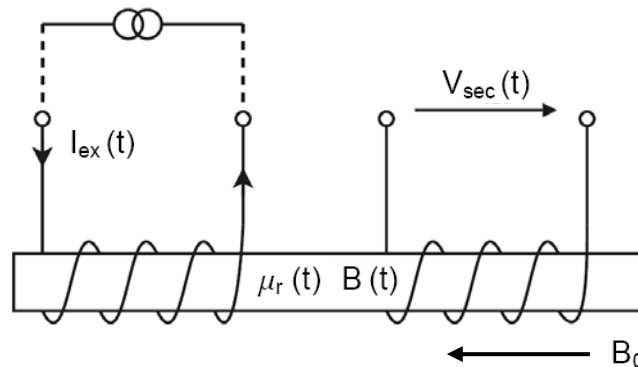


Figura 6.1 Esquema básico de funcionamiento de un *fluxgate* paralelo. Un núcleo magnético es periódicamente saturado por el campo magnético creado por la corriente $I_{ex}(t)$ que circula por la bobina primaria o excitadora. El campo magnético externo B_0 induce un flujo en el núcleo que es modulado por el campo de excitación. La variación resultante de flujo magnético en el tiempo induce un voltaje de salida $V_{sec}(t)$ en la bobina detectora (Fuente: [1]).

El esquema básico de funcionamiento básico de un *fluxgate* [1],[3] se ilustra en la Figura 6.1. Un núcleo magnético blando (en forma de barra en este caso) es periódicamente saturado por el campo de excitación alterno creado por la corriente $I_{ex}(t)$ de frecuencia f que circula por la bobina primaria o excitadora. Esta excitación magnética origina variaciones periódicas en la permeabilidad relativa $\mu_r(t)$ del núcleo (que alcanza su valor mínimo y máximo

6.1 Introducción

dos veces por periodo de excitación) y modula el flujo asociado al campo externo B_0 que es detectado como un voltaje inducido $V_{sec}(t)$ en la bobina detectora o secundaria. Este *gating* (abrir y cerrar) de flujo es lo que da nombre a estos sensores.

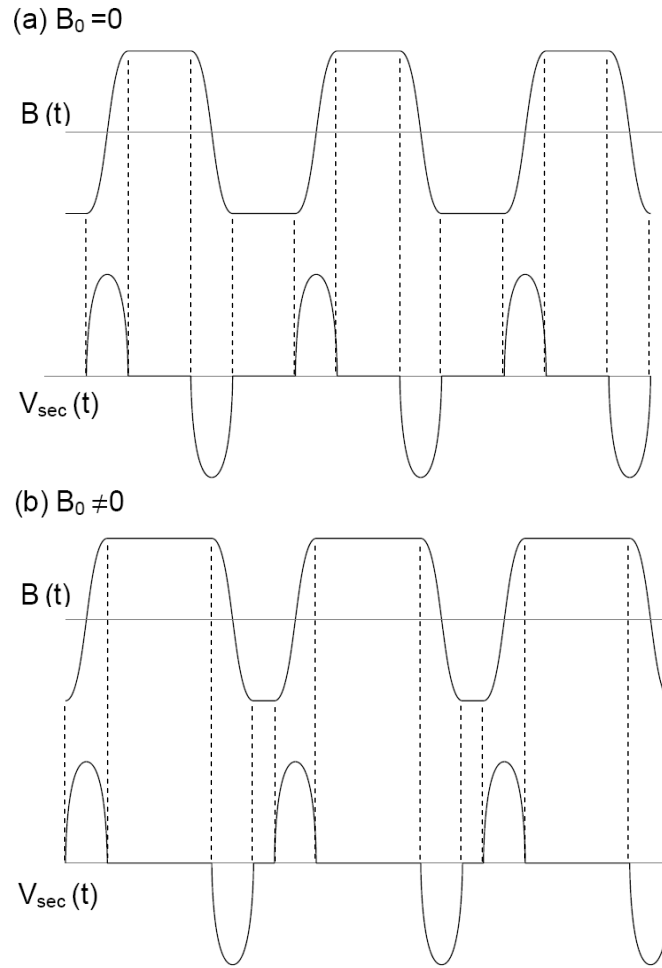


Figura 6.2 Formas de onda simplificadas $B(t)$ y $V_{sec}(t)$ para un *fluxgate* como el de la Figura 6.1 suponiendo una excitación sinusoidal. (a) en ausencia de campo magnético externo. (b) en presencia de un campo magnético externo B_0 a lo largo del eje del hilo.

La ecuación básica del *fluxgate* es [3]:

$$V_{sec}(t) = nAB_0(1-N)\left(\frac{d\mu_r(t)}{dt}\right)\left[1+N(\mu_r(t)-1)\right]^2 \quad (6.1)$$

donde n es el número de vueltas de la bobina detectora, A es su sección transversal y N es el factor desimanador del núcleo magnético. Esta expresión proporciona el voltaje de salida en función del campo externo y de la permeabilidad del núcleo. Por lo tanto, las curvas básicas para conocer la respuesta del sensor son el correspondiente ciclo de histéresis del núcleo (curva $B-H$) y la dependencia del flujo inducido en la bobina detectora con el campo de excitación (conocida como *gating curve* en la literatura).

En la Figura 6.1, el campo excitador y el que se desea medir tienen la misma dirección y por ello este tipo de sensores se conocen como *fluxgates* paralelos o simplemente *fluxgates*.

Las correspondientes formas de onda de un sensor de este tipo se presentan de manera simplificada en la Figura 6.2 para una excitación sinusoidal y muestran esquemáticamente su funcionamiento. En ausencia de campo externo (Figura 6.2(a)), el flujo magnético en el núcleo depende solo del campo de excitación creado por la bobina primaria. La saturación en ambas direcciones (regiones horizontales de la curva $B(t)$) ocupa el mismo tiempo del periodo de excitación por lo que el cambio de flujo entre los dos estados de saturación induce pulsos de voltaje equiespaciados en la bobina detectora (curva $V_{sec}(t)$). La presencia de un campo magnético externo B_0 (Figura 6.2(b)) provoca una asimetría en las formas de onda: la saturación magnética en una de las direcciones ocupa más tiempo y produce un desplazamiento de los pulsos de voltaje inducido (ver curva $V_{sec}(t)$) que constituyen la salida del sensor. Normalmente se detecta el segundo armónico del voltaje $V_{sec}(t)$ inducido en la salida [1], que es proporcional al campo magnético externo B_0 que se desea medir.

Existen *fluxgates* con geometrías diferentes a la de la Figura 6.1 ya que la forma del núcleo afecta a la sensibilidad del magnetómetro (el factor desimanador N en la ecuación (6.1)). Las geometrías más comunes son dos núcleos en forma de barra, núcleos en forma de anillo, y núcleos en forma de pista o *racetrack*. Se puede decir que el *fluxgate* moderno de bajo ruido es generalmente de tipo paralelo con un núcleo sensor en forma de anillo y emplea una detección tipo *lock-in* para la extracción del segundo armónico del voltaje inducido $V_{sec}(t)$.

▪ *Fluxgate* ortogonal

El primer modelo de un *fluxgate* ortogonal fue patentado por Alldredge en 1952 [4]. El objeto su propuesta era que la excitación actuara en un lazo cerrado para que no trabajase en contra del campo desimanador, que la salida no contuviera armónicos impares para simplificar la extracción de la señal y que a campo cero la salida fuese cero.

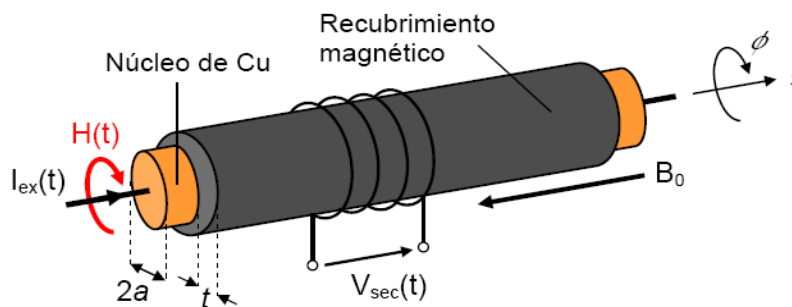


Figura 6.3 Estructura más simple de un *fluxgate* ortogonal basado en un microhilo magnético que se va a considerar en este capítulo. a es el radio del hilo de Cu y t el espesor del recubrimiento magnético.

Este principio, en el que el eje sensitivo es a lo largo del núcleo magnético y el campo excitador es circular (son ortogonales), pasó rápidamente al olvido por el rápido desarrollo del *fluxgate* paralelo que enseguida mostró mejores características. No obstante, los *fluxgates* ortogonales basados en microhilos han vuelto a ganar popularidad recientemente [5]-[9],

6.1 Introducción

probablemente debido a la demanda de dispositivos no necesariamente tan sensibles pero sí más sencillos: estos sensores ortogonales no requieren integrar una bobina excitadora (el núcleo se satura por medio de una corriente que circula por el hilo) y presentan una elevada resolución espacial (pueden construirse con un único hilo de decenas de μm de diámetro). En principio, la estructura más adecuada para evitar efectos de falta de saturación en un sensor de este tipo basado en hilos es la de la Figura 6.3 y será el punto de partida de este capítulo: el campo magnético circular creado por la corriente $I_{ex}(t)$ que fluye a través de un microhilo de Cu de radio a excita un recubrimiento ferromagnético de espesor t que lo rodea [5],[6]. El voltaje de salida es recogido por una bobina detectora. El *fluxgate* ortogonal basado en microhilos es más sensible y menos ruidoso que el modo de magnetoimpedancia no diagonal del mismo núcleo [10]. Su inconveniente es que requiere una corriente de saturación relativamente elevada.

El principio físico del *fluxgate* ortogonal es esencialmente el mismo que el del paralelo [11] (la saturación periódica del núcleo magnético), pero teniendo en cuenta que la imanación M tiene componentes en dirección de $B_0(z)$ y de $H(t)(\phi)$. La componente axial M_z es la que induce un voltaje $V_{sec}(t)$ que depende del campo externo B_0 . El esquema de detección típico es nuevamente el del segundo armónico [6], aunque existen métodos basados en el modo fundamental [9] que tienen la ventaja de reducir el ruido a expensas de aumentar mucho la corriente de excitación.

El potencial de desarrollo y explotación de los *fluxgates* ortogonales no ha sido todavía investigado en profundidad. El objeto de este capítulo es tratar de mejorar sus características partiendo de un mejor diseño de los núcleos basados en microhilos, en particular de un nuevo tipo de *fluxgate* ortogonal que se va presenta a continuación.

▪ *Coil-less fluxgate*

El último paso en la miniaturización de un *fluxgate* ortogonal como el de la Figura 6.3 sería prescindir también de la bobina detectora. Este *fluxgate* sin bobinas (*coil-less fluxgate*) ha sido introducido recientemente [12] y su esquema se muestra en la Figura 6.4.

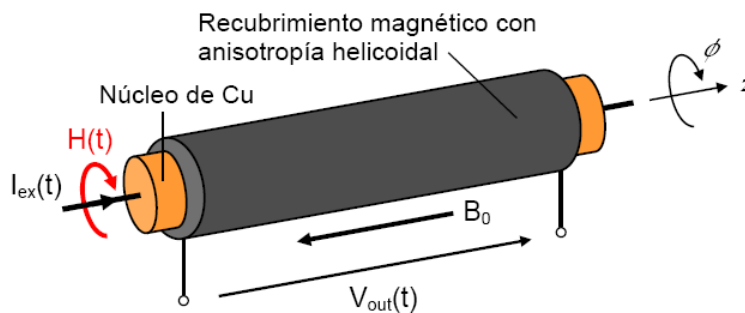


Figura 6.4 Esquema de un *coil-less fluxgate* basado en un microhilo magnético. El recubrimiento magnético debe presentar anisotropía helicoidal. El voltaje de salida del sensor $V_{out}(t)$ se toma directamente entre los extremos del hilo ya que no necesita bobina detectora.

La idea es básicamente la de la Figura 6.3, pero con la salvedad de que el voltaje de salida $V_{out}(t)$ se toma directamente entre los extremos del hilo. Durante la caracterización magnética inicial del sensor (un microhilo de longitud $l=38$ mm compuesto por un núcleo de Cu ($a=25$ μm) rodeado de un recubrimiento de CoNiFe ($t=10$ μm)) empleando la técnica descrita en [13], los autores se dieron cuenta de que el ciclo de histéresis circular (H_ϕ - B_ϕ) se desplazaba en presencia del un campomagnético DC axial B_0 tal y como muestra la Figura 6.5. Este efecto va a desplazar los pulsos de $V_{out}(t)$ en sentidos opuestos y origina una asimetría que puede ser detectada como armónicos pares en su espectro y de esta manera sirve para cuantificar B_0 .

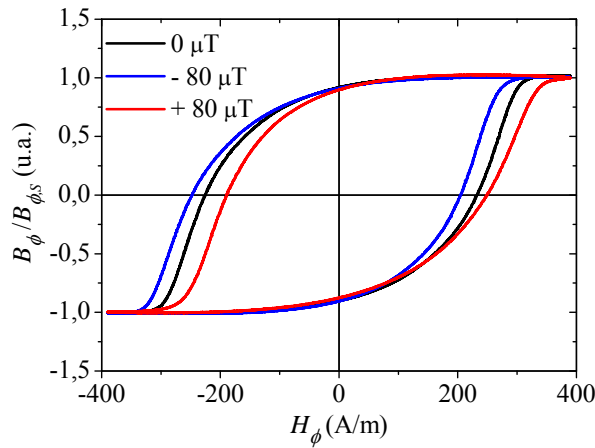


Figura 6.5 Ciclo de histéresis circular para un microhilo de Cu/CoNiFe ($l=38$ mm, $a=25$ μm , $t=10$ μm) en función de un campo magnético B_0 axial externo DC. $I_{ex}=55$ mA, $f=20$ kHz. El desplazamiento de las curvas es debido a una torsión existente sobre el hilo. (cortesía de M. Butta).

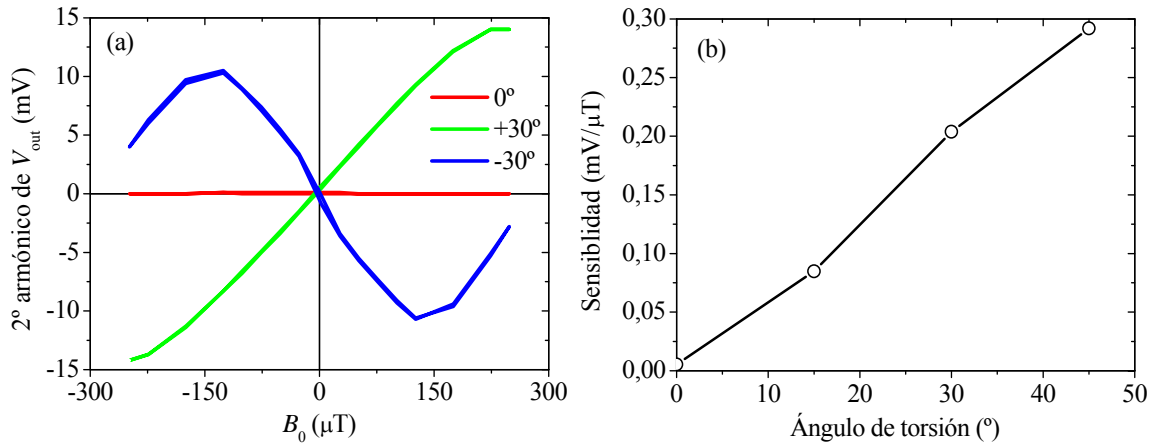


Figura 6.6 (a) Características de salida y (b) sensibilidad del *coil-less fluxgate* en función del ángulo de torsión. El sensor sigue el esquema de la Figura 6.4 y tiene un núcleo formado por un microhilo de Cu/CoNiFe como el de la Figura 6.5. $I_{ex}=55$ mA, $f=30$ kHz. (Fuente [12]).

El desplazamiento de los ciclos de histéresis de la Figura 6.5 indica la presencia de una componente no diagonal del tensor permeabilidad [14], que era en este caso debida a una anisotropía helicoidal inducida por una torsión existente sobre el hilo. Para comprobar este

punto, se midió la característica de salida del sensor (dependencia del segundo armónico de $V_{out}(t)$ con el campo magnético axial B_0) en función de una torsión externa aplicada sobre el hilo de manera controlada. Los resultados del experimento se muestran en la Figura 6.6. El segundo armónico de $V_{out}(t)$ (Figura 6.6(a)) presenta un comportamiento lineal entre $\pm 100 \mu T$ que lo hace adecuado para la medida de campo magnético en ese rango. Por otro lado, la respuesta es nula cuando no hay torsión y cambia de signo al torsionar el hilo en sentido contrario. Finalmente, la sensibilidad del sensor (definida como la pendiente de la característica de salida en la zona lineal) aumenta de linealmente con el ángulo de torsión (Figura 6.6(b)). Todos estos hechos confirman que el efecto es debido a la anisotropía helicoidal inducida por la torsión ejercida sobre el hilo. Se puede encontrar un modelo cualitativo del principio de funcionamiento de este dispositivo en [15].

El nuevo tipo de sensor que se acaba de introducir se basa en la existencia de anisotropía helicoidal en el microhilo magnético que constituye su núcleo, es fácilmente integrable ya que no requiere bobina alguna a diferencia de los *fluxgates* ortogonales convencionales y presenta una sensibilidad y rango lineal aceptables para ser considerado en un amplio abanico de aplicaciones. Aun así, hay aspectos que deben ser mejorados si se desea que estos sensores salgan del ámbito académico: reducir la corriente de saturación, obtener mayor rango lineal y, sobretudo, producir de manera sencilla y en un solo paso microhilos con anisotropía helicoidal inducida durante el proceso de fabricación (torsionar los hilos no es una alternativa viable en un sensor comercial). Estos son los puntos que se abordan en el siguiente apartado, donde el punto de partida es un núcleo con una estructura ligeramente diferente a los anteriores: un microhilo de Cu con recubrimiento aislante de vidrio sobre el que se electrodeposita una capa magnética muy blanda de $Fe_{20}Ni_{80}$.

6.2 Optimización de las características de los sensores. Microhilos Cu/FeNi

A lo largo de la fabricación los núcleos basados en microhilos presentados este apartado se ha trabajado teniendo siempre presentes los requisitos que debe cumplir un material magnético para conseguir un “buen *fluxgate*”:

- Bajo campo coercitivo y resistividad a la frecuencia excitación (típicamente 10 kHz) para que las pérdidas sean bajas.
- Reducida imanación de saturación para limitar el consumo de potencia, baja magnetostricción.
- Bajo ruido: ausencia de procesos de imanación irreversibles y de tensiones internas aleatorias, reducido número de defectos estructurales, superficie lisa.
- Sección transversal uniforme y homogeneidad de sus parámetros

En capítulos anteriores se ha hecho hincapié en la utilidad del recubrimiento aislante de Pyrex en los microhilos con dos fases magnéticas (controla la intensidad del acoplamiento dipolar, permite construir un microcable coaxial,...). En estos hilos con una única fase magnética va a ser también interesante pero por motivos bien diferentes.

6.2.1 Reducción de la corriente de saturación

El mayor problema cuando se emplea un microhilo como núcleo de un *fluxgate* es la amplitud de corriente necesaria para saturar completamente el material magnético. Esta condición es absolutamente necesaria para que el dispositivo funcione como *fluxgate* ya que cualquier porción no saturada causa un error conocido como *perming* en la literatura [1]: es imprescindible borrar la historia magnética de la muestra para evitar cambios en el cero del sensor o distorsiones de sus características cuando se aplica un campo magnético externo B_0 .

La saturación de las muestras se puede observar midiendo el ciclo de histéresis circular de la Figura 6.5 [13] o simplemente observando las características de salida del sensor (Figura 6.6(a)) que mostrarían histéresis en el caso de un hilo no saturado. La corriente de excitación I_{ex} mínima para conseguir saturación, I_{sat} , es bastante elevada para microhilos compuestos por un núcleo de Cu y un recubrimiento magnético electrodepositado directamente (Figuras 6.3 y 6.4). Estos hilos [16] requieren corrientes I_{sat} típicas de 70-80 mA. Teniendo en cuenta que su resistencia es del orden de 1Ω , equivale a un consumo de potencia de unos 6 mW, un valor no siempre factible en un dispositivo integrado. Por lo tanto, la reducción de la corriente de saturación es crucial para hacer del *coil-less fluxgate* una aplicación real.

Para reducir I_{sat} es necesario conocer el mecanismo de excitación en un microhilo de este tipo. Este es el asunto que se analiza en este apartado, donde se propone una modificación en la geometría de los núcleos basados en hilos que logran reducir la corriente de excitación necesaria mínima para conseguir su completa saturación.

Se considera en primer lugar el caso ideal en el que la corriente de excitación I_{ex} fluye íntegramente por el núcleo de Cu (razonable teniendo en cuenta la diferencia existente entre la resistividad del Cu ($\approx 17 \text{ n}\Omega\cdot\text{m}$) y la de un recubrimiento magnético típico como el Permalloy ($\approx 60 \text{ }\mu\Omega\cdot\text{m}$)). Bajo estas condiciones, se asume que la densidad de corriente J_{ex} es constante en el Cu y cero en el recubrimiento externo. El campo de excitación H se puede calcular entonces como:

$$H = \frac{rI_{ex}}{2\pi a} \quad (r < a) \quad (6.2)$$

$$H = \frac{I_{ex}}{2\pi r} \quad (r > a) \quad (6.3)$$

donde r es la distancia al centro del hilo y a es el radio del hilo de Cu.

El comportamiento de campo de excitación a lo largo del eje del hilo se representa esquemáticamente en la Figura 6.7(a). En principio H aumenta de manera lineal y luego decrece como $1/r$ a partir del borde del hilo. El recubrimiento magnético que rodea al hilo de Cu está excitado por un campo H de intensidad decreciente que alcanza su valor mínimo H_{min} en el borde del hilo. En este caso basta elegir una corriente I_{ex} tal que $H_{min} < H_s$ para saturar completamente el recubrimiento magnético (H_s es su campo de saturación).

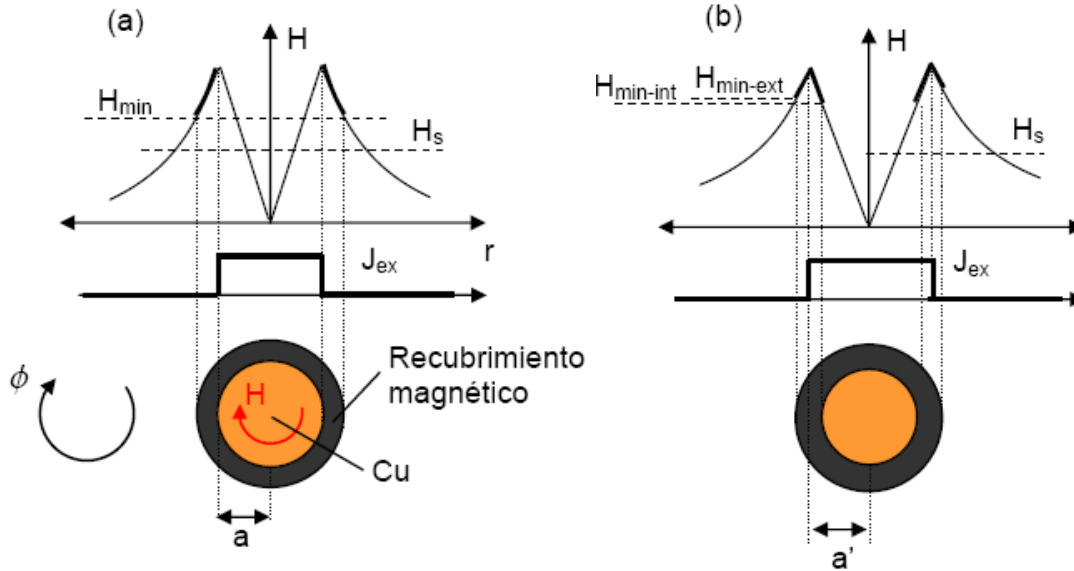


Figura 6.7 Campo de excitación H en un hilo bimetálico como el de las Figuras 6.3 y 6.4. H_s es el campo de saturación del recubrimiento. (a) la corriente de excitación fluye íntegramente por el núcleo de Cu. El campo de excitación mínimo H_{min} se alcanza en el borde del hilo. (b) la corriente fluye en parte por el recubrimiento magnético externo. Dependiendo de la frecuencia, la parte interna del recubrimiento magnético puede no estar saturada.

En realidad, dependiendo de la frecuencia de excitación, parte de la corriente de excitación I_{ex} va a fluir por el conductor magnético externo. Por simplicidad, se vuelve a considerar que la densidad de corriente J_{ex} es constante en el núcleo de Cu y en la parte interna del recubrimiento magnético (ver Figura 6.7(b)). Sea a' el radio de la circunferencia que limita el volumen de excitación. Asumiendo que $a' > a$ (i.e. parte de la corriente fluye por el recubrimiento magnético), el campo de excitación H alcanzará su valor máximo en el interior del recubrimiento magnético y será mínimo en sus bordes: $H_{min-ext}$ y $H_{min-int}$. En este caso, se logra una saturación completa si estos dos mínimos son mayores que el campo de saturación H_s . Cuanto más se aumente la frecuencia de excitación, más densidad de corriente J_{ex} va a abandonar el núcleo de Cu y por tanto más aumentará el valor de a' . Este fenómeno provoca un incremento de $H_{min-int}$ y una disminución en $H_{min-ext}$, que se convierte en el campo mínimo necesario para saturar el microhilo. En una situación extrema, para frecuencias de excitación todavía más elevadas, la densidad de corriente J_{ex} puede abandonar el núcleo y concentrarse en el recubrimiento magnético. En este caso, la región interna del recubrimiento magnético no

estaría saturada al no estar expuesta a campo magnético alguno. De hecho, las simulaciones de la distribución de corriente en este tipo de hilos teniendo en cuenta el efecto *skin* o pelicular [17] muestran que a frecuencias del orden de 5-10 kHz la mayoría de la corriente fluye por el recubrimiento magnético externo. Esto supone un grave inconveniente ya que este es el rango de frecuencias operativo típico de un *fluxgate* ortogonal.

La solución a este problema parte de una modificación en la geometría de los microhilos no considerada hasta la fecha en la literatura: aislar eléctricamente el núcleo de Cu y el recubrimiento magnético externo (ver Figura 6.8(a)) mediante una capa de Pyrex de espesor t_g . De esta forma toda la corriente fluiría por el núcleo de Cu independientemente de la frecuencia de operación. Para fabricar estas muestras se ha empleado el mismo proceso que en los microhilos bifásicos (ver apartado 2.2): la electrodeposición de un recubrimiento magnético sobre un microhilo recubierto de vidrio, en este caso con un núcleo no magnético de Cu.

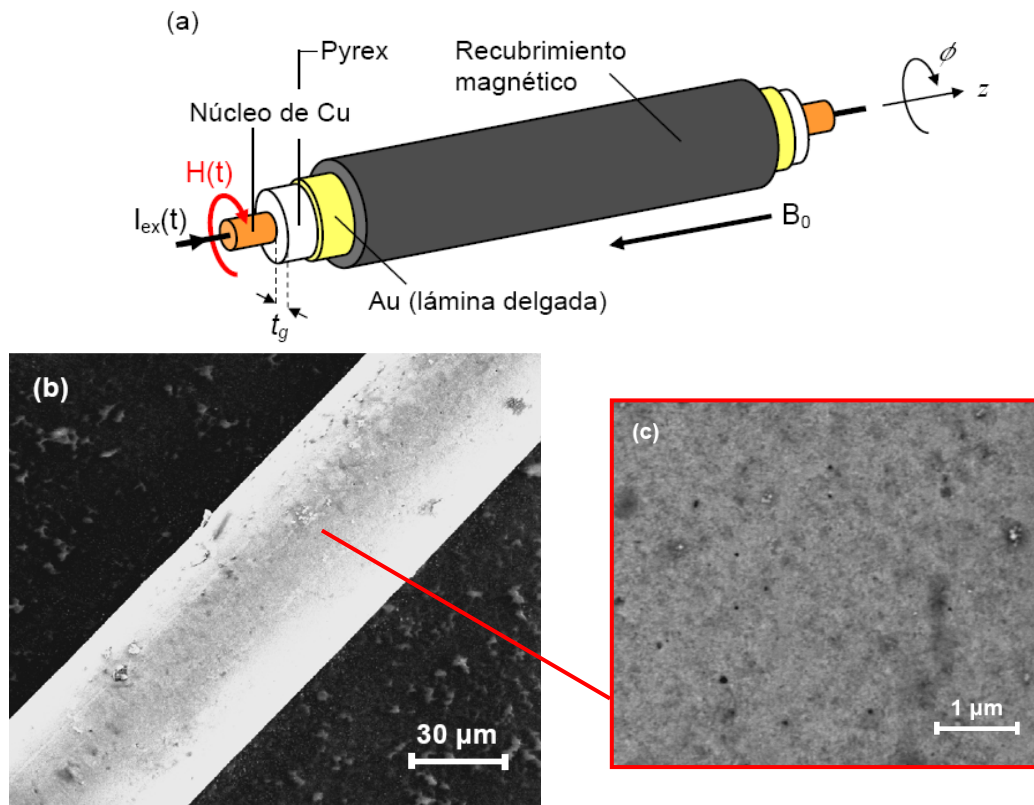


Figura 6.8 Microhilos bimetálicos Cu/FeNi con capa aislante de Pyrex. (a) Esquema de la disposición de las diferentes capas. (b) y (c) imágenes SEM del recubrimiento de $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ en uno de estos hilos. $a=44 \mu\text{m}$ y $t=4 \mu\text{m}$, $t_g=3 \mu\text{m}$.

El recubrimiento magnético empleado es la aleación blanda de $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ que ya se había estudiado en los Capítulos 3 y 5 en la misma geometría. Las condiciones de electrodeposición son análogas a las descritas entonces (electrodeposición galvanostática ($j=12 \text{ mA/cm}^2$) en un baño electrolítico típico [18]). Los microhilos bimetálicos fabricados tienen las siguientes dimensiones: $a=44 \mu\text{m}$, $t_g=3 \mu\text{m}$, $t=4 \mu\text{m}$. La longitud de las muestras es $l=40 \text{ mm}$. Las Figuras

6.8(b),(c) muestran imágenes SEM de estos hilos donde se puede apreciar la calidad de los recubrimientos obtenidos. Su rugosidad es mucho menor que la de materiales similares electrodepositados directamente sobre hilos de Cu [16],[18], que presentan tamaños de grano típicos del orden de varias micras. La composición y homogeneidad de las muestras ha sido comprobada mediante SEM-EDX.

La caracterización de los microhilos Cu/FeNi con capa aislante de Pyrex [13] reveló valores de corriente de saturación mínima I_{sat} entre 15 y 20 mA a 10 kHz; mientras que hilos sin capa aislante con la misma composición y geometría muy similar ($a=50\text{ }\mu\text{m}$, $t=3.5\text{ }\mu\text{m}$, $l=40\text{ mm}$) producidos por el grupo del Dr. Atalay [16] requirieron al menos tres veces más corriente de saturación mínima (entre 60 y 80 mA) al ser caracterizados en idénticas condiciones.

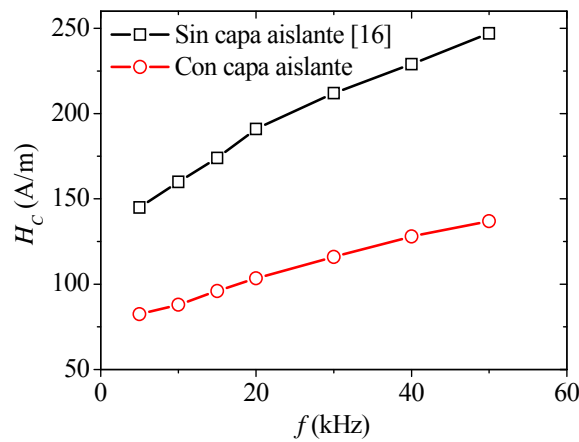


Figura 6.9 Dependencia del campo coercitivo H_c con la frecuencia de excitación en microhilos bimetalicos Cu/FeNi con y sin capa aislante. Ambos hilos están saturados por una corriente $I_{ex}=90\text{ mA}$.

Para verificar que esta reducción sustancial de la corriente de saturación es debida a la concentración de la corriente en el núcleo de Cu se ha medido el comportamiento en frecuencia de ambos tipos de hilos. El parámetro más obvio para comparar sería el campo de saturación del ciclo B - H ortogonal; pero es difícil de determinar con precisión por la suavidad de las curvas en esta región (ver Figura 6.5). Por ello, en su lugar se va a medir el campo coercitivo H_c . Los resultados se muestran en la Figura 6.9 donde se ha calculado el campo de excitación (y por tanto H_c) asumiendo que la corriente de excitación fluye únicamente por el núcleo de Cu [13]. Se puede observar que H_c es mayor en el microhilo sin capa aislante probablemente debido a que, como se ha comentado anteriormente, en este caso la corriente no fluye íntegramente por el núcleo de Cu de manera que el campo de excitación real es inferior al calculado. Por otro lado, la coercitividad aumenta en ambos casos con la frecuencia de acuerdo a lo esperado. Sin embargo, el incremento es mayor en el caso de que no exista capa aislante. Esta contribución adicional debe asociarse por tanto al cambio de la distribución de la corriente que se discutió en la Figura 6.7 y que se evita al insertar una capa intermedia de Pyrex. Finalmente, se debe señalar

que para reducir todavía más el valor de la corriente de saturación se puede recurrir a otras estrategias como son la excitación pulsada de los sensores [19] o disminuir el espesor de vidrio.

Una vez presentadas las ventajas de los microhilos Cu/FeNi con capa aislante en términos de reducción de la corriente de saturación, se va a estudiar la viabilidad de producir con ellos núcleos que funcionen directamente como *coil-less fluxgates* (i.e. que no requieran una deformación mecánica para presentar este efecto tal y como se vio en el apartado 6.1).

6.2.2 Microhilos con anisotropía helicoidal incorporada

Para que un microhilo magnético funcione como núcleo de un *coil-less fluxgate* es necesario que exista anisotropía helicoidal en el recubrimiento magnético. La torsión mecánica de las muestras [12] ha sido un mecanismo útil para introducir el efecto, para comprobar que la sensibilidad del voltaje de salida depende del ángulo de torsión y para establecer un modelo de funcionamiento del sensor [15]. Sin embargo, la anisotropía inducida mediante torsión directa sobre el hilo no es en absoluto adecuada para una aplicación práctica: sería necesario diseñar un dispositivo que mantuviera una torsión constante sobre el hilo, lo cual complicaría la estructura del sensor. Además, cualquier variación en la torsión (provocada por un agente externo como puede ser un cambio de temperatura) provocaría un cambio en la sensibilidad que supondría eliminar una de las grandes ventajas de un *fluxgate*: su estabilidad.

Por lo tanto, de cara a simplificar la estructura del sensor sería deseable obtener de la manera más sencilla posible microhilos con anisotropía helicoidal incorporada. El recocido bajo torsión de las muestras es una alternativa conocida pero una opción más directa y atractiva para la industria sería inducir esta anisotropía durante el propio crecimiento de las muestras. Es lo que se va a analizar en este apartado mediante la aplicación de campo magnético o torsión mecánica durante el proceso de electrodeposición del recubrimiento de FeNi.

▪ Anisotropía helicoidal inducida mediante campo magnético

Los efectos beneficiosos de la electrodeposición en presencia de campo magnético sobre las propiedades macroscópicas y microscópicas de los depósitos son conocidos desde hace tiempo [20]. Se ha demostrado también que un campo magnético de moderada intensidad aplicado durante la electrodeposición puede modificar las propiedades magnéticas de microhilos de Cu/FeNi [18] y de otras aleaciones/geometrías [21],[22].

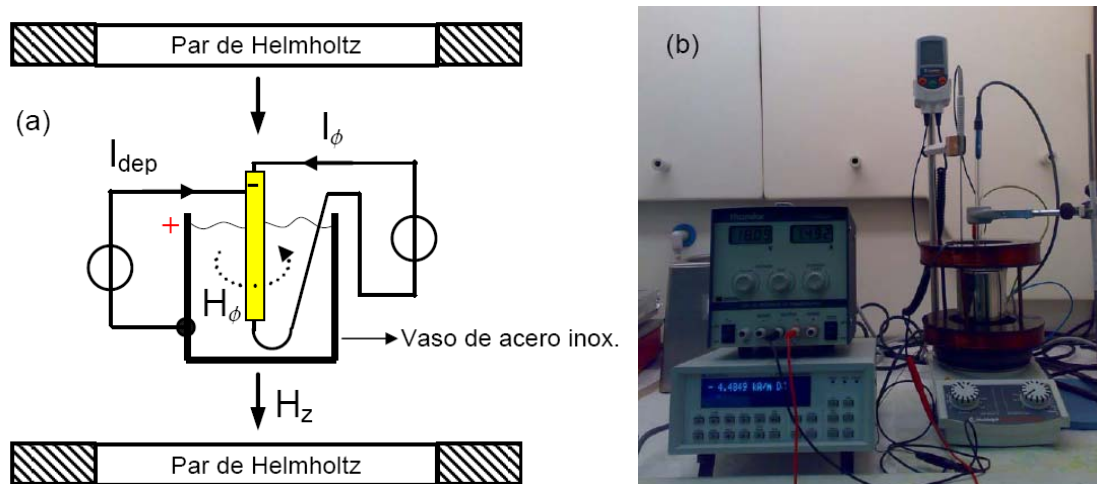


Figura 6.10 Dispositivo utilizado para la electrodeposición en presencia de campo magnético helicoidal. (a) Esquema del dispositivo: I_ϕ circula por el núcleo de Cu del microhilo y genera la componente circular H_ϕ del campo magnético externo, mientras que la componente axial H_z es producida por el par de Helmholtz. I_{dep} es la corriente de electrodeposición que circula por el recubrimiento de Au (el electrodo negativo para electrodeposición; aislado eléctricamente del núcleo de Cu por el Pyrex). Como electrodo positivo se emplea un *beaker* de acero inoxidable. (b) Foto del dispositivo real en los laboratorios del ICMM/CSIC.

En este apartado se va a emplear un campo magnético aplicado durante la electrodeposición para inducir anisotropía helicoidal en el recubrimiento de Permalloy. Para realizar este proceso ha sido necesario modificar la celda electrolítica utilizada hasta ahora (apartado 2.2.2). El nuevo dispositivo se muestra en la Figura 6.10. La corriente de electrodeposición (I_{dep}) circula entre el electrodo positivo (un *beaker* de acero inoxidable) y el electrodo negativo que es, como siempre, una lámina delgada de Au (en amarillo) crecida mediante *sputtering* entorno al recubrimiento de Pyrex del microhilo de Cu (ver Figura 6.8(a)). El campo magnético helicoidal externo es generado por composición de un campo axial H_z y de uno circular H_ϕ . H_z es producido por un par de Helmholtz, mientras que el campo circular H_ϕ se genera mediante una corriente I_ϕ que circula por el núcleo de Cu del microhilo (nótese que I_{dep} e I_ϕ circulan por circuitos independientes gracias al recubrimiento de Pyrex de los hilos aquí utilizados).

Para situar el microhilo en una posición adecuada dentro de la celda electrolítica (paralelo al eje del carrete de Helmholtz y en su región central donde el campo H_z es uniforme), así como para establecer con comodidad las pertinentes conexiones eléctricas en el hilo, se ha utilizado el portamuestras de PVC mostrado en la Figura 6.11. El punto de partida es un microhilo de Cu de 170 mm de longitud sobre el que se deposita Au en un tramo de 50 mm de longitud. En esta sección es dónde electrodepositará FeNi y se coloca en el portamuestras de manera que coincida con la región de campo H_z uniforme generado por el par de Helmholtz. Sobre el hilo se realizan finalmente tres contactos eléctricos con pintura de plata: 1 en el

recubrimiento de Au por el que circula I_{dep} y 2-3 en el núcleo de Cu entre los que fluye I_{ϕ} . El proceso de colocación del hilo en el portamuestras debe realizarse con especial cuidado para no ejercer tensión alguna sobre la muestra.

El baño electrolítico y los microhilos de partida utilizados son idénticos a los del apartado anterior ($a=44 \mu\text{m}$, $t_g=3 \mu\text{m}$). Sobre ellos se ha electrodepositado galvanostáticamente ($j=12 \text{ mA/cm}^2$) una capa de FeNi de espesor $t=4 \mu\text{m}$ en una longitud $l=40 \text{ mm}$ (se dejan 5 mm de Au en los extremos del hilo). La intensidad del campo magnético externo aplicado durante la electrodeposición es $H_z=600 \text{ A/m}$ y $H_{\phi}\approx 450 \text{ A/m}$ (generado por una corriente DC $I_{\phi}=150 \text{ mA}$). La corriente de electrodeposición es de muy baja intensidad (del orden de centenas de μA), y genera un campo magnético circular despreciable.

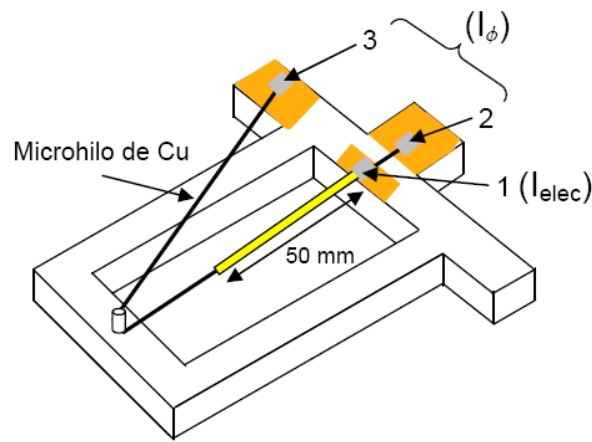


Figura 6.11 Portamuestras de PVC utilizado durante la electrodeposición en presencia de campo magnético helicoidal. El FeNi se deposita en la sección de 50 mm de hilo recubierto previamente con Au (la longitud total del hilo es 170 mm). El contacto eléctrico 1 se establece en el Au para hacer pasar la corriente de electrodeposición I_{elec} . 2 y 3 son contactos eléctricos en el núcleo de Cu por los que circula la corriente I_{ϕ} que genera el campo magnético circular H_{ϕ} . (ver Figura 6.10).

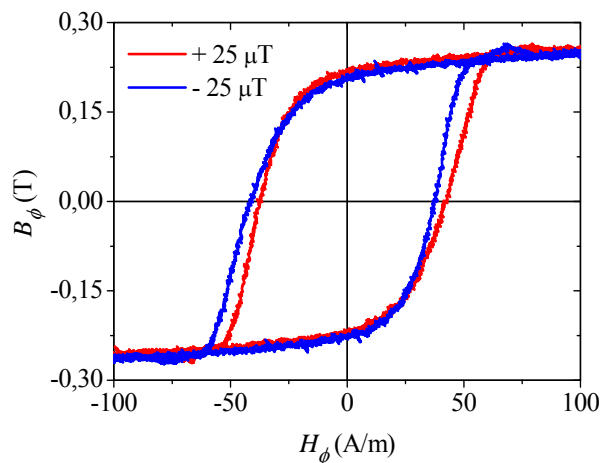


Figura 6.12 Ciclo de histéresis circular para un microhilo de Cu/FeNi electrodepositado en presencia de campo magnético helicoidal ($l=40 \text{ mm}$, $a=44 \mu\text{m}$, $t=4 \mu\text{m}$). Campo magnético B_0 axial externo DC como parámetro. $I_{\text{ex}}=30 \text{ mA}$, $f=10 \text{ kHz}$. El desplazamiento de las curvas es debido a la anisotropía helicoidal inducida.

Para verificar si el mecanismo propuesto genera anisotropía helicoidal en el recubrimiento de FeNi, en primer lugar se ha medido el ciclo de histéresis circular [13] en función de la amplitud de un campo magnético B_0 axial externo. Los resultados para $B_0 = \pm 25 \mu\text{T}$ se presentan en la Figura 6.12 donde se observa un claro desplazamiento de los ciclos. Este desplazamiento no se observó en microhilos producidos en idénticas condiciones pero en ausencia de campo magnético helicoidal durante la electrodeposición. Por otro lado, se ha medido la dependencia del segundo armónico del voltaje de salida $V_{out}(t)$ (recuérdese Figura 6.4) con el campo magnético axial B_0 . La característica de salida se muestra en la Figura 6.13 y presenta un rango lineal entorno a $\pm 40 \mu\text{T}$ como consecuencia del desplazamiento del ciclo de histéresis circular. Para campos más elevados se observa otra región lineal con sensibilidad más elevada (originada por una deformación de los ciclos y no por el efecto de la anisotropía helicoidal) y finalmente se pierde la linealidad para $B_0 = 100 \mu\text{T}$. La sensibilidad en la región lineal central originada por el desplazamiento del ciclo de histéresis circular es de $0.015 \text{ mV}/\mu\text{T}$.

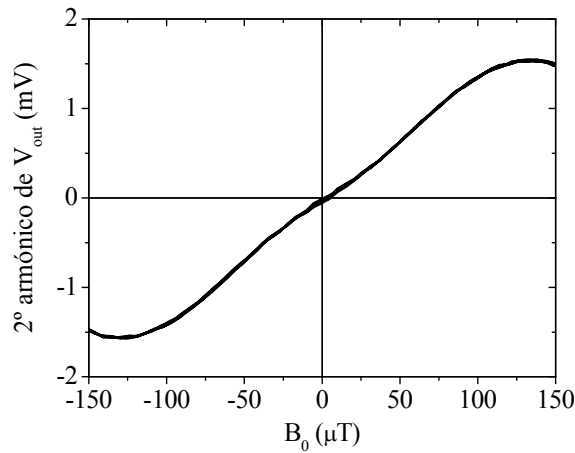


Figura 6.13 Característica de salida del *coil-less fluxgate* basado en el microhilo con anisotropía helicoidal inducida de la Figura 6.12. $I_{ex}=30 \text{ mA}$, $f=10 \text{ kHz}$.

El método propuesto es por tanto factible para inducir anisotropía helicoidal en el recubrimiento de FeNi y es útil para producir de manera sencilla núcleos para *coil-less fluxgates*. Sin embargo, presenta algunas limitaciones como son que las muestras no son demasiado satisfactorias en términos de rango lineal ($40 \mu\text{T}$) y de sensibilidad ($0.015 \text{ mV}/\mu\text{T}$) (compárense los valores obtenidos con los de las Figuras 6.6(a),(b) que muestran el mismo efecto en microhilos torsionados). Este hecho es probablemente debido que la anisotropía inducida por campo es un efecto generalmente débil y se va a tratar de solucionar en el siguiente apartado.

▪ Anisotropía helicoidal inducida mediante torsión

Para solventar las limitaciones de la electrodeposición con campo, se propone en este apartado otra alternativa para inducir anisotropía helicoidal en el recubrimiento de FeNi: electrodepositar el hilo en presencia de torsión. El dispositivo empleado para la electrodeposición es como el de la Figura 6.10, pero prescindiendo de los contactos en el núcleo de Cu del microhilo. El portamuestras utilizado en este caso (Figura 6.14) es ligeramente diferente e incluye un dispositivo para torsionar las muestras. Solo es necesario el contacto eléctrico para la electrodeposición. Para ejercer torsión sobre el hilo, uno de sus extremos se inserta en un cilindro móvil de teflón (señalado en azul) y se fija mediante el tornillo “b”. A continuación, se gira el cilindro y se aprieta el tornillo “a” para mantener el ángulo de torsión seleccionado sobre la muestra (ambos tornillos son también de teflón). Al finalizar el proceso de electrodeposición el hilo se retira del portamuestras y las tensiones inducidas en sentido opuesto al giro inicial inducirán anisotropía helicoidal sobre la muestra.

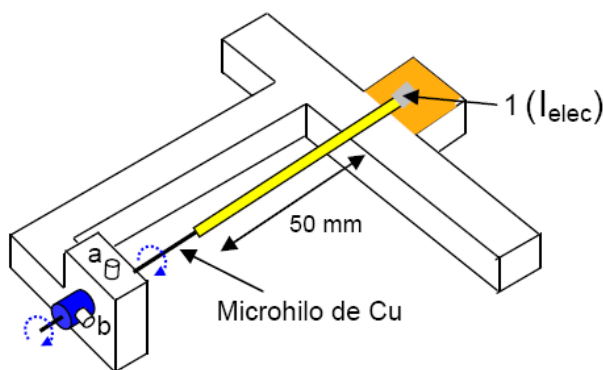


Figura 6.14 Portamuestras de PVC utilizado durante la electrodeposición en presencia de torsión. El FeNi se deposita en la sección de 50 mm de hilo recubierto previamente con Au (la longitud total del hilo es 90 mm). El contacto eléctrico 1 se establece en el Au para hacer pasar la corriente de electrodeposición I_{elec} . Para ejercer torsión sobre el hilo uno de sus extremos se inserta en el cilindro móvil señalado en azul y se fija con el tornillo “b”. El tornillo “a” mantiene el ángulo de torsión sobre la muestra.

Nuevamente, se ha utilizado el mismo baño e idénticos microhilos de Cu de partida. En este caso la electrodeposición del recubrimiento de FeNi se ha realizado mediante corriente eléctrica pulsada (y no corriente DC) con un ciclo de trabajo comprendido entre el 20 y el 100%. Se ha elegido este proceso ya que durante la electrodeposición se generan burbujas de hidrógeno en el baño que al quedar atrapadas en la estructura del Permalloy pueden originar un depósito poroso [23]. La corriente pulsada ayuda a liberar el hidrógeno de manera que interfiere menos con el proceso de electrodeposición y mejora la calidad del recubrimiento electrodepositado [24],[25].

Durante la electrodeposición de las muestras se ha aplicado una torsión mecánica constante de $\pi/2$ rad/cm. La corriente pulsada ($j=12$ mA/cm²) es generada por una fuente programable (Keithley 2400) y el tiempo de electrodeposición se ha aumentado de manera

6.2 Optimización de las características de los sensores. Microhilos Cu/FeNi

proporcional al reducir el ciclo de trabajo (ver Tabla 6.1). De esta forma el valor efectivo de la corriente es siempre el mismo y así se obtiene un espesor final constante del recubrimiento de FeNi ($t=5\text{ }\mu\text{m}$ en todos los casos). El periodo de los pulsos de corriente (5 s) es mucho mayor que la constante de tiempo de carga de la celda ($\approx 1\text{ms}$), ver Figura 6.15. Esto asegura que prácticamente todo el pulso de corriente se emplea en la electrodeposición.

Ciclo de trabajo (%)	Tiempo de electrodeposición (min.)
100	30
80	38
60	50
40	75
20	210

Tabla 6.1 Tiempo de electrodeposición en función del ciclo de trabajo para los experimentos realizados en presencia de torsión.

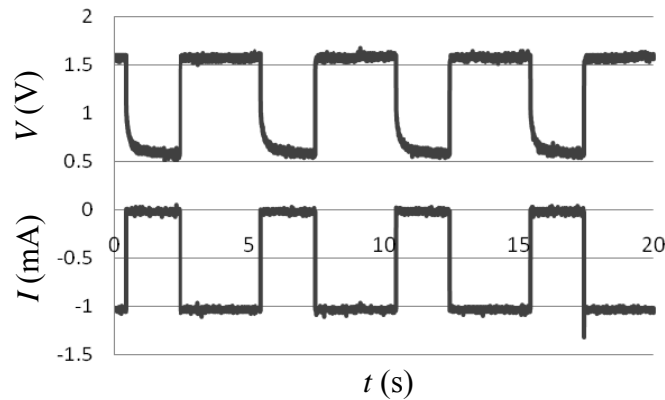


Figura 6.15 Formas de onda para la corriente y voltaje de electrodeposición. El ciclo de trabajo del 60%.

Las características de salida de los microhilos fabricados en estas condiciones se muestran en la Figura 6.16. Nuevamente presentan el comportamiento típico de un *coil-less fluxgate* y dependen fuertemente del ciclo de trabajo: la sensibilidad aumenta y el rango lineal disminuye (Figura 6.17(a)) al aumentar la duración del pulso de electrodeposición. En cualquier caso, los valores obtenidos son siempre bastante superiores a los de los hilos electrodepositados en presencia de un campo magnético helicoidal (compárense con los obtenidos en el apartado anterior). Esto indica que la anisotropía helicoidal inducida aplicando torsión durante la electrodeposición es más efectiva. El elevado rango lineal que se obtiene para hilos electrodepositados con un ciclo de trabajo reducido ($200\text{ }\mu\text{T}$ para un ciclo del 20%) es un dato importante ya que el *coil-less fluxgate* se va a usarse siempre en lazo abierto (ampliar su rango lineal realimentándolo no tendría sentido ya que implicaría utilizar una bobina de compensación y se eliminaría la principal ventaja de estos sensores: la ausencia de bobinas).

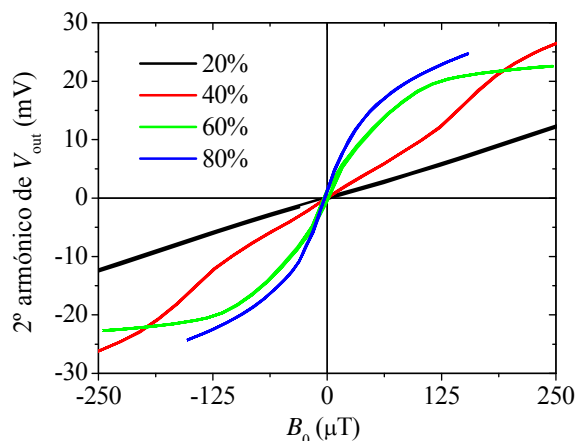


Figura 6.16 Características de salida de los *coil-less fluxgates* basados en microhilos Cu/FeNi con anisotropía helicoidal inducida mediante torsión aplicada durante la electrodeposición. Ciclo de trabajo como parámetro. $I_{ex}=100$ mA, $f=10$ kHz. La torsión aplicada es de $\pi/2$ rad/cm.

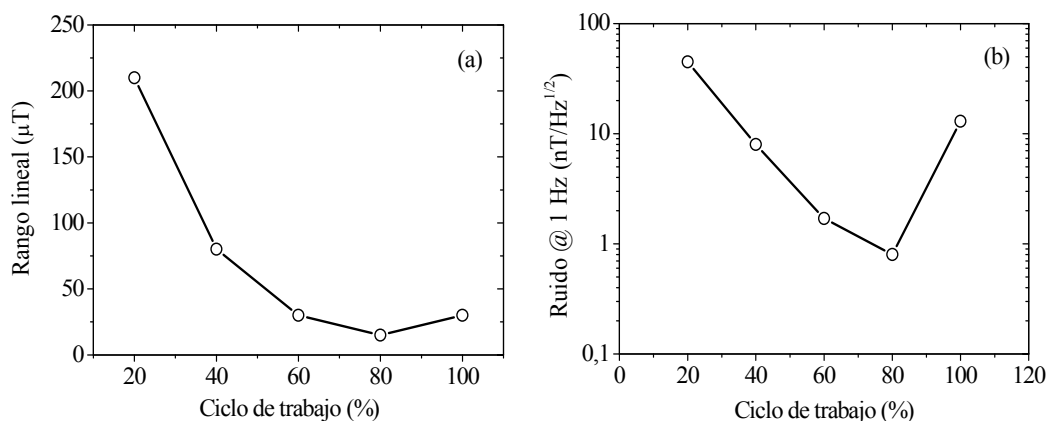


Figura 6.17 Dependencia del rango lineal (a) y del ruido a 1 Hz (b) con el ciclo de trabajo para los microhilos de Cu/FeNi de la Figura 6.16.

El espectro de ruido de la señal de salida extraída por el amplificador *lock-in* (Signal Recovery 7265) se ha medido en un entorno apantallado. La Figura 6.17(b) muestra el nivel de ruido a 1 Hz que, como cabía esperar, depende también del ciclo de trabajo como consecuencia del efecto beneficioso de la electrodeposición pulsada sobre el recubrimiento de FeNi. El ruido es mínimo para un ciclo de trabajo entre el 60 y el 80%. El hecho de que el ruido aumente para ciclos de trabajo inferiores puede deberse a que en este caso el recubrimiento de FeNi está expuesto durante la mayoría del tiempo a un baño electrolítico bastante ácido (pH de 2,8) sin contribución activa al proceso de electrodeposición.

Finalmente, la resolución del *coil-less fluxgate* se ha medido en el caso de una muestra electrodepositada con corriente DC (100% de ciclo de trabajo), para la cual el nivel de ruido es intermedio. La respuesta del segundo armónico del voltaje de salida detectado por el *lock-in* a pulsos de campo de 40 nT de amplitud se ha medido en un entorno apantallado y se muestra en la Figura 6.18. Teniendo en cuenta la amplitud del ruido, se puede decir que la resolución del

sensor es de alrededor de 15 nT y está limitada fundamentalmente por la reducida estabilidad del cero tal y como muestra la Figura 6.19.

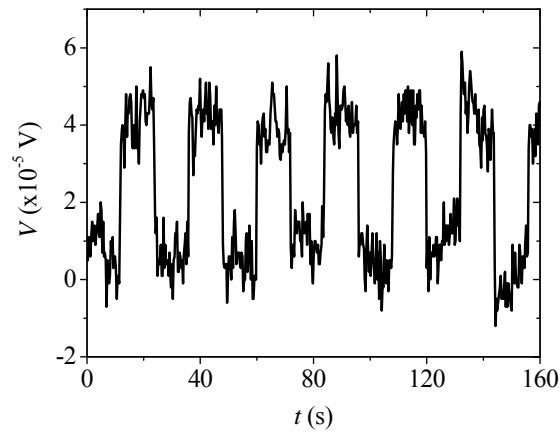


Figura 6.18 Respuesta del segundo armónico del voltaje de salida a pulsos de campo magnético de 40 nT para un *coil-less fluxgate* cuyo núcleo es un microhilo de Cu/FeNi electrodepositado con corriente DC bajo una torsión aplicada de $\pi/4$ rad/cm. $I_{ex} = 110$ mA, $f = 10$ kHz. La constante de tiempo del amplificador *lock-in* es de 100 ms.

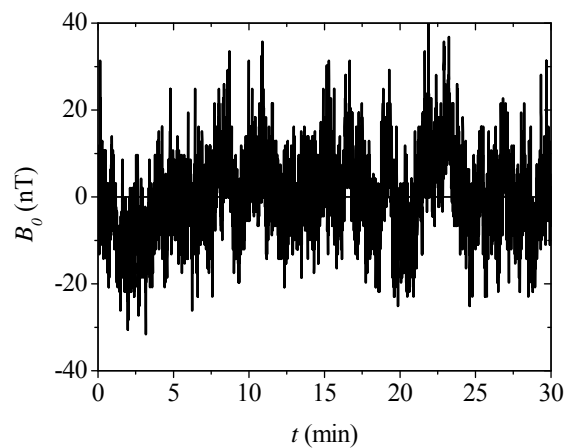


Figura 6.19 Estabilidad del cero del *coil-less fluxgate* de la Figura 6.18.

6.3 Conclusiones

Este capítulo se ha dedicado a una de las aplicaciones más importantes de los microhilos magnéticos: los sensores de campo magnético. En particular, se ha investigado el uso de microhilos multicapas compuestos por un núcleo de Cu recubierto de vidrio y una capa externa de FeNi como núcleos de sensores de tipo *coil-less fluxgate*, una reciente evolución de los *fluxgates* ortogonales basada en microhilos que no requieren bobinas en su diseño.

Se ha mostrado que la presencia de la capa aislante de vidrio evita fugas de corriente hacia el recubrimiento magnético. De esta forma se limita el efecto *perming* y se reduce notablemente la intensidad de corriente mínima necesaria para saturar magnéticamente estas estructuras. En cuanto a las técnicas para producir anisotropía helicoidal en el núcleo magnético (el principio de funcionamiento de estos sensores), se ha puesto de manifiesto que esta anisotropía puede inducirse de manera sencilla durante la electrodeposición del recubrimiento magnético, obteniendo sensores con sensibilidad, rango lineal y resolución aceptables para aplicaciones que no sean excesivamente demandantes y en las que la sencillez y la elevada capacidad de miniaturización sean factores determinantes. Este hecho podría facilitar la implementación práctica de estos sensores.

Artículos publicados relacionados con este capítulo:

- “Magnetic microwires with field-induced helical anisotropy for coil-less fluxgate” M. Butta, P. Ripka, **G. Infante**, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **46** (2010) 2562-2565.
- “Bi-metallic magnetic wire with insulating layer as core for orthogonal fluxgate” M. Butta, P. Ripka, **G. Infante**, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **45** (2009) 4443-4446
- “Microwire electroplated under torsion as core for coil-less fluxgate” M. Butta, P. Ripka, M. Vázquez, **G. Infante**, L. Kraus, enviado a *Sensor Letters*
- “Magnetic microwires for orthogonal fluxgates electroplated with pulsing current” M. Butta, P. Ripka, **G. Infante**, M. Vázquez, O. de Abril, enviado a *Procedia Engineering*

Patentes:

- “Hilos magnéticos bimetálicos con anisotropía helicoidal. Proceso de fabricación y aplicaciones” M. Vázquez, G. A. Badini-Confalonieri, **G. Infante**, M. Butta, P. Ripka, PCT/ES2009/070417 (2009)

6.4 Referencias

- [1] P. Ripka, *Fluxgate Sensors en Magnetic Sensors and Magnetometers*, Artech house (2001)
- [2] H. P. Thomas, *Direction Responsive System*, US Patent nº 2,016,977 (1935)
- [3] F. Primdahl, *J. Phys. E: Sci. Instrum.* **12** (1979) 241-253
- [4] L. R. Alldredge, *Magnetometer*, US Patent nº 2,856,581 (1952)
- [5] J. Fan, X. P. Li, P. Ripka, *J. Appl. Phys.* **99** (2006) 08B311
- [6] M. Butta, P. Ripka, *IEEE Trans. Magn.* **44** (2008) 3992-3995
- [7] E. Paperno, *Sens. Actuators A* **116** (2004) 405-409
- [8] X. P. Li, J. Fan, J. Ding, H. Chiriac, X. B. Qian, j. B. Yi, *J. Appl. Phys* **99** (2006) 08B313
- [9] I. Sasada, *J. Appl. Phys.* **91** (2002) 7789-7791
- [10] G. V. Kuryandskaya, A. Garcia-Arribas, J. M. Barandiaran, *Sens. Actuators A* **106** (2003) 234-239
- [11] O. Zorlu, P. Kejik, R. S. Popovic, *Sens. Actuators A* **135** (2007) 43-47
- [12] M. Butta, P. Ripka, S. Atalay, F. E. Atalay, X. P. Li, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) e974-e978
- [13] P. Ripka, M. Butta, M. Malatek, S. Atalay, F. E. Atalay, *Sens. Actuators A* **145-146** (2008) 23-28
- [14] L. Kraus, S. N. Kane, M. Vázquez, G. Rivero, E. Fraga, A. Hernando, *J. Appl. Phys.* **75** (1994) 6952-6954
- [15] M. Butta, P. Ripka, *Sens. Actuators A* **156** (2009) 269-273
- [16] F. E. Atalay, S. Atalay, *J. Alloys Compd.* **392** (2005) 322-328
- [17] J. P. Sinnecker, K. R. Pirota, M. Knobel, L. Kraus, *J. Magn. Magn. Mater.* **249** (2002) 16-21
- [18] X. P. Li, Z. J. Zhao, H. L. Seet, W. M. Heng, T.B. Oh, J. Y. Lee, *J. Appl. Phys.* **94** (2003) 6655-6658
- [19] M. Butta, P. Ripka, *IEEE Trans. Magn.* **45** (2009) 4455-4458
- [20] T. Z. Fahidy, *Prog. Surf. Sci.* **68** (2001) 155-188
- [21] A. G. Muñoz, C. Schiefer, Th. Nentwig, W-Y Man, E. Kisker, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **40** (2007) 5013-5020
- [22] V. Georgescu, M. Daub, *Surf. Sci.* **600** (2006) 4195-4199
- [23] H. Y. Zhang, D. G. Ivey, *Chem. Mater.* **16** (2004) 1189-1194
- [24] M. Schlesinger, M. Paunovic, *Modern Electroplating*, Wiley (2000)
- [25] K. Nielsch, F. Müller, A-P Li, U. Gösele, *Adv. Mater.* **12** (2000) 582-586

CONCLUSIONES

De acuerdo con las líneas establecidas en la introducción de esta memoria, el presente trabajo se ha centrado en el estudio de las propiedades magnéticas de microhilos mono y bifásicos con geometrías y composiciones novedosas. Los principales hitos y conclusiones alcanzados son los siguientes:

▪ **Fabricación y desarrollo instrumental:**

- Se han preparado de manera sistemática diferentes tipos de microhilos magnéticos mono y bifásicos. En el caso de los hilos monofásicos ricos en Fe, la obtención de muestras con radio metálico submicrométrico ($0.75\ \mu\text{m}$) abre el camino de la producción de un nanohilo mediante una técnica tan sencilla como la solidificación rápida. En cuanto a los sistemas bifásicos, se han preparado fundamentalmente combinaciones formadas por un núcleo y un recubrimiento blando (Fe/FeNi, CoFe/FeNi), así como sistemas blando/duro (Fe/CoNi) más tradicionales.

- La caracterización magnética de las muestras ha exigido la puesta a punto de varios sistemas experimentales: un magnetómetro de inducción digital con sensibilidad suficiente para medir el ciclo de histéresis axial de un único hilo submicrométrico, y un sistema de medida de impedancia a frecuencia de microondas fiable hasta aproximadamente 12 GHz.

▪ **El proceso de imanación estático:**

- Se han presentado evidencias de que la estructura de dominios típica de los microhilos monofásicos se modifica al aproximarse su radio a la nanoescala como consecuencia, no solo de la anisotropía de forma, sino también debido a la modificación de las tensiones inducidas por el extenso recubrimiento de vidrio que rodea a este tipo de muestras.

- Se ha estudiado como se modifica la biestabilidad magnética en microhilos bifásicos compuestos por un núcleo de Fe y un recubrimiento magnético externo más duro (CoNi) o más blando (FeNi). En el último caso, la interacción dipolar característica de estos sistemas permite controlar de manera efectiva el campo de *switching* del núcleo amorfo.

▪ **Dinámica de una pared de dominio:**

- Se ha demostrado que la relajación de la estructura amorfa es un mecanismo efectivo para manipular la dinámica de la pared de dominio característica de los microhilos monofásicos ricos en Fe, ya que permite controlar su amortiguamiento hasta en un orden de magnitud a través de la anisotropía local inducida. Se ha visto también como la disminución en la densidad de defectos móviles originada por un tratamiento térmico adecuado afecta sustancialmente a la intensidad de la relajación estructural, de manera que se hace visible el comportamiento general esperado en un material con un proceso de *after-effect*: un régimen inicial de movilidad reducida

dominado por la relajación estructural que, de manera progresiva, conduce a una zona de movilidad más elevada en la que gobierna el amortiguamiento intrínseco.

- Se han presentado resultados que apoyan la idea de que las velocidades tan elevadas reportadas recientemente en microhilos monofásicos ricos en Fe (bastante superiores a 10^3 m/s) están originadas por que la estructura magnética de la pared cambia de tipo transversal a tipo vórtice.

▪ **Resonancia ferromagnética y magnetoimpedancia:**

- Se han analizado aspectos clave del comportamiento de resonancia ferromagnética (FMR) en un hilo conductor ferromagnético con una o dos fases magnéticas. En primer lugar, se ha demostrado que para interpretar correctamente sus espectros de FMR es necesario considerar de manera conjunta las dimensiones transversales del hilo, la simetría del campo excitador de microondas y la longitud de penetración magnética/no magnética. Los experimentos en microhilos monofásicos ricos en Fe han mostrado que son posibles dos modos de absorción: las muestras *bulk* satisfacen la condición de Kittel para una lámina delgada, mientras que esta evoluciona hacia la condición de resonancia de un cilindro cuando el diámetro del hilo se acerca a la nanoescala. Por otro lado, los experimentos realizados en microhilos bifásicos con acoplamiento débil (CoFe/FeNi) han servido para comprobar que es imprescindible considerar el carácter capacitivo intrínseco de estas estructuras multicapa a la hora de analizar sus múltiples absorciones resonantes.

- Se ha mostrado como el acoplamiento dipolar existente entre un núcleo y un recubrimiento blandos (Fe/FeNi) controla de manera efectiva la respuesta de magnetoimpedancia (MI) de estos microhilos bifásicos de una manera completamente diferente a la característica de un sistema blando/duro.

▪ **Fluxgates ortogonales basados en microhilos:**

- Se ha investigado el uso de microhilos compuestos por un núcleo de Cu recubierto de vidrio y una capa externa blanda de FeNi como núcleos de sensores de tipo *coil-less fluxgate*, un tipo de *fluxgates* ortogonales que no requieren bobinas en su diseño. Se ha visto que la presencia de la capa aislante de vidrio evita fugas de corriente hacia el recubrimiento magnético y reduce notablemente la intensidad de corriente mínima necesaria para saturar la estructura. Se ha demostrado que puede inducirse anisotropía helicoidal en el núcleo magnético (el principio físico de funcionamiento de estos sensores) de manera sencilla durante su electrodeposición. Los sensores así obtenidos presentan sensibilidad, rango lineal y resolución aceptables para aplicaciones que no sean excesivamente demandantes y en las que la sencillez y la elevada capacidad de miniaturización sean factores determinantes.

NUEVAS LÍNEAS DE TRABAJO

A continuación se presentan algunas líneas de investigación abiertas que completarían las iniciadas en esta memoria:

▪ El **estudio de las propiedades magnéticas de hilos submicrométricos** es muy probablemente el campo más interesante para la realización de futuros trabajos. Para continuar con esta línea sería conveniente:

- Optimizar la fabricación de microhilos monofásicos mediante solidificación rápida y estiramiento para conseguir producir de manera controlada muestras con sección transversal del orden de centenares de nm.

- Realizar estudios profundos del proceso de imanación en estas muestras mediante técnicas de magnetometría combinadas (VSM y efecto Kerr entre otras) para aclarar su estructura de dominios. En particular, analizar la influencia de la composición (magnetostrictiva o no) y del recubrimiento de vidrio que rodea al reducido núcleo metálico.

- Analizar la dinámica de paredes de dominio y la absorción de potencia de microondas en estos nanohilos. En el segundo tipo de experimentos, es de esperar la fácil excitación de fenómenos no lineales (ondas de espín) en hilos individuales y una clara mejora en la respuesta de los medios sintonizables realizados actualmente con este tipo de muestras.

▪ **Estudiar y controlar la interacción dipolar en microhilos multicapa con más de dos fases magnéticas**, así como analizar su comportamiento de microondas.

▪ **Mejorar el nivel de ruido de los *coil-less fluxgates* basados en microhilos** mediante la obtención de recubrimientos magnéticos de calidad más elevada.

APÉNDICE: CÁLCULOS DE FMR

Los cálculos de FMR mostrados en el Capítulo 5 (dependencia con el campo estático H de la longitud de penetración magnética, de la potencia absorbida de microondas y de la impedancia superficial) se han realizado considerando la teoría de L. Kraus y están descritos en el apartado 5.2.1. El algoritmo empleado en Mathematica es el siguiente:

```
Hankell1[n_, z_] := BesselJ[n, z] + i BesselY[n, z];
Hankell2[n_, z_] := BesselJ[n, z] - i BesselY[n, z];

A[n_, H_, freq_, a_] :=
Module[{κ, mu0 = 4 π * 10-7, d0, Ms, Ω, Hex, ξ, SecularEquation, y, k2, m1, m2, meff,
  d0k, J0, J1, J2, V, W, X, Y, yy, Ynz}, d0 = N[ $\sqrt{\frac{r_0}{\pi * \text{freq} * \mu_0}}$ ]; Ms = Js / mu0;
  Ω = 5.68568 10-5 * freq / g; Hex =  $\frac{2 * A}{Js * d_0^2}$ ; ξ =  $\frac{Ks}{A}$ ; κ = 2 π * freq / (2.998 * 108);
  SecularEquation = Ms * (H + Ms + Hex * y + i * α * Ω) +
    (1 -  $\frac{i * y}{2}$ ) * ((H + Ms + Hex * y + i * α * Ω) * (H + Hex * y + i * α * Ω) - Ω2);
  k2 = y /. NSolve[SecularEquation == 0, y];
  m1 = (H + Hex * k2 + Ms + Ω + i * α * Ω) / (H + Hex * k2 + Ω + i * α * Ω);
  m2 = (H + Hex * k2 + Ms - Ω + i * α * Ω) / (H + Hex * k2 - Ω + i * α * Ω);
  meff = 2 * m1 * m2 / (m1 + m2);
  d0k = Sign[Im[k2]] *  $\sqrt{k_2}$ ;
  J0 = BesselJ[n, d0k * a / d0]; J1 = BesselJ[n + 1, d0k * a / d0]; J2 = BesselJ[n - 1, d0k * a / d0];
  V = (J2 / m2 - J1 / m1) / 2; W = d0k / d0 * J0 / meff;
  X = (1 - 1 / m2) * ((ξ + (n - 1) / a) J2 - d0k / d0 * J0); Y = (1 - 1 / m1) * ((ξ - (n + 1) / a) J1 + d0k / d0 * J0);
  Ynz = -Det[(V, X, Y)] / Det[(W, X, Y)]; yy = a * κ;
  i^n *  $\frac{\text{Hankell1}[n - 1, yy] - (n / yy + i * 376.73 * Ynz / r_0) * \text{Hankell1}[n, yy]}{\text{Hankell2}[n - 1, yy] - (n / yy + i * 376.73 * Ynz / r_0) * \text{Hankell2}[n, yy]}$ ]
```

Aunque el procedimiento empleado se comenta al final del mencionado apartado, parece conveniente explicar brevemente el algoritmo así como la notación utilizada (se ha tratado de seguir la misma del texto, dentro de las limitaciones del lenguaje Mathematica):

Como paso previo, hay que definir las funciones de Hankel de primera y segunda especie $\text{Hankell1}[n_, z_]$ y $\text{Hankell2}[n_, z_]$, ya que no están incluidas en Mathematica y son necesarias para los cálculos del coeficiente de scattering (ecuación (5.27)).

Los parámetros de entrada son: el radio del hilo (a), el modo de absorción (n), la frecuencia de microondas (freq) y parámetros del material (factor g (g), imanación de saturación (M_s), resistividad (r_0), constante de canje (A), constante de anisotropía superficial (K_s) y parámetro de amortiguamiento intrínseco (α)).

En primer lugar, se resuelve la ecuación secular (`SecularEquation`, expresión (5.17)) para obtener las tres constantes de propagación (k_2). A continuación, se calcula para cada raíz k_2 las permeabilidades relativas m_1 y m_2 (ecuación (5.9)) con las que se obtienen las funciones V, W, X, Y necesarias para el cálculo de la impedancia/admitancia (Y_{nz}) superficial (ecuación (5.20)). Finalmente, se calcula el parámetro de scattering $A[n_ , H_freq_ , a_]$ (ecuación (5.27)).

La longitud de penetración magnética δ se obtiene despreciando el canje ($A=0$) a partir de la única solución que tiene en este caso `SecularEquation`.

PUBLICACIONES

Este trabajo se ha realizado con ayuda de una **beca de Formación de Profesorado Universitario (FPU)** del Ministerio de Ciencia e Innovación, dentro del **Grupo de Nanomagnetismo y Procesos de Imanación del ICMM/CSIC**. Los resultados que se han presentado en esta memoria se encuentran publicados en los siguientes **artículos de revistas**:

- 1) “Double large Barkhausen jum in soft-soft composite microwires” G. Infante, G. A. Badini-Confalonieri, R. P. del Real, M. Vázquez, *J. Phys D: Appl. Phys.* **43** (2010) 345002
- 2) “Domain wall dynamics in thin magnetic wires under the influence of transversal magnetic field” K. Richter, R. Varga, G. Infante, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **46** (2010) 210-212
- 3) “Magnetic microwires with field-induced helical anisotropy for coil-less fluxgate” M. Butta, P. Ripka, G. Infante, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **46** (2010) 2562-2565
- 4) “Diffusion-damped domain wall dynamics” R. Varga, G. Infante, G.A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *J. Phys.: Conf. Series* **200** (2010) 042026
- 5) “Locally induced domain wall damping in a thin magnetic wire” G. Infante, R. Varga, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 012503
- 6) “Nonlinear magnetoimpedance and parametric excitation of standing spin waves in a glass-covered microwire” L. Kraus, M. Vázquez, G. Infante, G. Badini-Confalonieri, J. Torrejón, *Appl. Phys. Lett.* **94** (2009) 062505
- 7) “M-H loop tracer based on digital signal processing for low frequency characterization of extremely thin magnetic wires” M. Butta, G. Infante, P. Ripka, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Rev. Sci. Instrum.* **80** (2009) 083906
- 8) “Anisotropic magnetoresistance in biphas microwires” G. Infante, K. J. Merazzo, G. A. Badini-Confalonieri, F. Batallán, M. Vázquez, *J. Appl. Phys.* **105** (2009) 07A320
- 9) “Circular magnetoelastic anisotropy induced in the nucleus of an FeSiBP-CoNi soft-hard biphas microwire” J. Torrejón, G. Infante, K. J. Merazzo, G. A. Badini-Confalonieri, *IEEE Trans. Magn.* **44** (2009) 3942-3945

- 10) “Bi-metallic magnetic wire with insulating layer as core for orthogonal fluxgate” M. Butta, P. Ripka, G. Infante, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *IEEE Trans. Magn.* **45** (2009) 4443-4446
- 11) “Frequency dependence of switching field in the soft nucleus of FeSiB–CoNi microwires” G. Infante, J. Torrejón, k. J. Merazzo, G. A. Badini-Confalonieri, M. Vázquez, *Phys. Stat. Sol. (a)* **206** (2009) 622-624
- 12) “Single-wall dynamics and power law in bistable magnetic microwires” R. Varga, J. Torrejón, Y. Kostyk, K. L. García, G. Infante, G. Badini, M. Vázquez, *J. Phys.: Condens. Matter* **20** (2008) 445215
- 13) “Biased magnetization reversal in bi-phase multilayer microwires” G. A. Badini-Confalonieri, G. Infante, J. Torrejón, M. Vázquez, *J. Magn. Magn. Mater.* **320** (2008) 2443-2450
- 14) “Anomalous effects in the domain wall dynamics in magnetic microwires” R. Varga, G. Infante, K. Richter, M. Vázquez, aceptado en *Phys. Stat. Sol. (a)*
- 15) - “Microwave behaviour of CoFe-based single and two-phase microwires” R. El kammouni, G. Infante, J. Torrejón, M. Britel, J. Brigui, M. Vázquez, aceptado en *Phys. Stat. Sol. (a)*
- 16) “Ferromagnetic resonance in very thin wires” L. Kraus, G. Infante, Z. Frait, M. Vázquez, en preparación

Por otro lado, el trabajo ha dado lugar a una **patente Europea**:

“Hilos magnéticos bimetálicos con anisotropía helicoidal. Proceso de fabricación y aplicaciones” M. Vázquez, G. A. Badini-Confalonieri, G. Infante, M. Butta, P. Ripka, (PCT/ES2009/070417 (2009))

Se han realizado dos **estancias breves** de tres meses de duración: en el Instituto de Física de la Universidad Pavol Jozef Šafárik en Košice (Eslovaquia) (2/09/2008-28/11/2008) y en la Universidad Estatal de Colorado en Fort Collins (USA) (21/09/2009-18/12/2009).

